



TUGAS AKHIR - SF 141501

**PENGARUH WAKTU PENAHAN PROSES KALSINASI
PADA PEMBUATAN KATODA BATERAI ION LITIU
DENGAN MENGGUNAKAN BATUAN BESI TANAH
LAUT SEBAGAI SUMBER ION Fe**

Yovanita Narsisca
NRP 1111 100 060

Dosen Pembimbing
Dr. M. Zainuri, M.Si

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2015



FINAL PROJECT - SF 141501

**THE EFFECT OF HOLDING TIME VARIATION OF
CALCINATION PROCESS ON CATHODE LI-ION
BATTERY FABRICATION WITH TANAH LAUT'S
IRON STONE AS SOURCE OF Fe**

Yovanita Narsisca
NRP 1111 100 060

Advisor
Dr. M. Zainuri, M.Si

Department of Physics
Faculty of Mathematics and Natural Science
Tenth Nopember of Technology Institute
Surabaya 2015

**PENGARUH WAKTU PENAHAN PROSES KALSINASI
PADA PEMBUATAN KATODA BATERAI ION LITIU
DENGAN MENGGUNAKAN BATUAN BESI TANAH
LAUT SEBAGAI SUMBER ION Fe**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

YOVANITA NARSISCA

NRP 1111100060

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Dr. M. Zainuri, M.Si

NIP. 19640130 199002 1 001



Surabaya, Juli 2015

**PENGARUH WAKTU PENAHANAN PROSES KALSINASI
PADA PEMBUATAN KATODA BATERAI LITUM
DENGAN MENGGUNAKAN BATUAN BESI TANAH
LAUT SEBAGAI SUMBER ION Fe**

Nama : Yovanita Narsisca
NRP : 1111 100 060
Jurusan : Fisika FMIPA-ITS
Pembimbing : Dr. M. Zainuri, M.Si

Abstrak

Pada penelitian ini telah dibuat material katoda LiFePO_4/C baterai ion litium. Pembuatan material katoda LiFePO_4/C diproses melalui mekanisme solid state. Bahan pembentuk dari material prekursor LiFePO_4 adalah Fe_3O_4 yang berasal dari batuan besi Kalimantan Selatan, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dan Li_2CO_3 . Bahan pembentuk tersebut dicampur pada ball milling dan disatukan dengan karbon konduktif pada proses kalsinasi 500°C selama 8, 10 dan 12 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan instrumen X-Ray Diffractometer (XRD), Particle Size Analyzer (PSA), Scanning Electron Microscopy (SEM) serta battery analyzer untuk mengetahui performa baterai. Analisis hasil pengujian XRD dilakukan menggunakan perangkat lunak rietica. Hasil analisis menunjukkan bahwa pada variasi waktu penahan proses kalsinasi selama 8 dan 10 jam terbentuk fasa olivine (LiFePO_4) yang tertinggi yaitu sebesar 85,7% dan 88,14%. Adanya peningkatan fasa olivine pada material katoda LFP/C_8h dan 10h yang terbentuk menyebabkan kenaikan nilai kapasitas discharging yang dihasilkan yaitu sebesar 2,4315mAh/g dan 4,7815mAh/g.

Kata Kunci: batu besi, discharging, katoda, LFP, olivine, solid state, kapasitas

The Effect Of Holding Time Variation Of Calcination Process On Litium *Ion* Battery Cathode Material by Using Iron Stone from Kalimantan Selatan as Source of Fe Ion's

Name : Yovanita Narsisca
NRP : 1111 100 060
Department : Physics FMIPA-ITS
Advisor : Dr. M. Zainuri, M.Si

Abstract

In this research, LiFePO_4/C cathode materials Li-ion batteries has been made. The making of LiFePO_4/C cathode materials were synthesized by solid state method. The formation material used in this study is Fe_3O_4 from iron stone Kalimantan Selatan, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, and Li_2CO_3 . These formation materials mixed in ball milling and disatukan with conductif carbon at calcination process 500°C during 8, 10 and 12 hours. The result was characterized by X-ray diffractometer instrument (XRD), Particle Size Analyzer (PSA), Scanning Electron Microscopy (SEM), and battery performance was detected by battery analyzer . XRD test results was analysed by rietica software. The analysis showed that the 8 and 10-hour's holding time variation formed optimum olivine phases that is 85,7% and 88,14%. The increase phases which formed on LFP/C_8h and 10h cathode materials cause increase capacity discharging percentage that resulted was 2,4315mAh/g and 4,7815mAh/g. .

Keywords: *Iron Stone, discharging, cathode, LFP, olivine, solid state, capacity*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar kesarjanaan pada jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul :

“Pengaruh Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Pada Pembuatan Katoda Baterai Ion Litium dengan Menggunakan Batuan Besi Tanah Laut sebagai Sumber Ion Fe”

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu dan Bapak tercinta yang telah memberikan semangat, didikan, nasehat, kasih sayang, dan do'a restunya bagi penulis.
2. Kakak satu-satunya Cendy Alvionarto dan keluarga lainnya yang turut memberikan doa, dukungan dan motivasi bagi penulis.
3. Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing utama tugas akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
4. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng. dan Ibu Dr. Melania Suweni M., M.T., selaku Ketua Jurusan dan Wakil Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya Tugas Akhir ini.
5. Seluruh staf pengajar di Jurusan Fisika ITS.

6. Segenap karyawan Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika ITS: Pak Sholeh, Pak Sukir dan Pak Slamet yang senantiasa membantu penulis dalam memberikan fasilitas demi kelancaran tugas akhir penulis.
7. Segenap peneliti dan karyawan Laboratorium Fisika LIPI Serpong: Pak Joko Triwibowo, Pak Ibrahim, Pak Edi, Pak Endang yang selalu siap dalam membantu penulis di laboratorium, serta peneliti dan karyawan lainnya yang tidak dapat disebutkan satu per satu.
8. Tim penelitian material katoda baterai LFP, mbak Meta, mbak Zuffa, mas Ali dan Nofyantika Wulandhari yang turut membantu dalam penelitian dan diskusi di Laboratorium.
9. Tim penelitian bimbingan Pak Zainuri: Mbak Umi, Astrid Delia, Ainul Millah, Rahmania Mawasah dan Ridlo Fajritamam yang telah banyak mendukung penulis dalam tugas akhir ini
10. Mbak Aini yang selalu memberikan bantuan dalam pengujian SEM dan memberikan tutorial kepada penulis.
11. Mbak Musyarofah yang telah membantu dalam pengujian XRD di laboratorium LPPM ITS.
12. Sahabat-sahabat tersayang Fitriana, Ayu Ningsih dan Maya Andansari yang selalu memberikan nasihat, semangat dan motivasi terhadap penulis.
13. Sahabat-sahabat tercinta Rachmawati, Fiscy, Ulul, Ena, Rizky, Erlangga yang selalu memberi semangat dan motivasi terhadap penulis.
14. Segenap teman-teman seperjuangan Foton 2011 yang telah memberikan semangat dan selalu menemani dikala suka dan duka selama masa kuliah.
15. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi

kesempurnaan penulis Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
COVER PAGE	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABSTRAK.....	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
1.6 Sistematika Penulisan.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Baterai	7
2.2 Baterai Lithium	8

2.3 Material Katoda.....	11
2.4 <i>Lithium Iron Phosphate</i> tipe Olivine.....	16
2.5 Bahan Pembentuk <i>Lithium Iron Phosphate</i>	19
2.5.1 <i>Lithium Carbonate</i> (Li_2CO_3).....	19
2.5.2 <i>Di-ammonium Hydrogen Phosphate</i> ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$)	19
2.5.3 Besi (III) Oksida (Fe_3O_4).....	19
BAB III METODOLOGI.....	21
3.1 Peralatan dan bahan.....	21
3.1.1 Bahan.....	21
3.1.2 Peralatan.....	21
3.2 Prosedur Penelitian.....	22
3.2.1 Proses Pemurnian Fe_3PO_4	22
3.2.2 Sintesis LiFePO_4/C	22
3.2.3 Proses Pembuatan Lembaran Katoda.....	23
3.3 Karakterisasi Bahan Uji.....	23
3.3.1 <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD).....	23
3.3.2 Uji <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	25
3.3.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	25
3.3.4 Pengujian Performa Elektrokimia Baterai	26
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	29
3.4.1 Proses Pemurnian Fe_3PO_4	29
3.4.2 Sintesis LiFePO_4/C	30
3.4.3 Proses Pembuatan Lembaran Katoda.....	31
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Sintesis Material Katoda LiFePO_4/C	33
4.2 Analisis Termal pada Prekursor <i>Lithium Iron Phosphate</i> (LiFePO_4/C)	37
4.3 Analisis Fasa berdasarkan Pola Difraksi Sinar-X.....	40
4.4 Analisis Morfologi dan Ukuran partikel.....	44
4.5 Analisis Performa Baterai.....	49
4.5.1 Analisa <i>Cyclic Voltammetry</i>	50
4.5.2 Analisa <i>Charging Discharging Test</i>	54

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	63
5.1 Kesimpulan	63
5.2 Saran.....	63
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN.....	69
BIOGRAFI PENULIS	99

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Identifikasi unsur dari pasir besi sebelum dan sesudah proses pemurnian.....	34
Tabel 4.2	Prosentase komposisi fasa relatif LiFePO_4 dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi	43
Tabel 4.3	Distribusi ukuran partikel serbuk LiFePO_4	48
Tabel 4.4	Arus <i>discharging</i> elektrode LiFePO_4 dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi 8,10 dan 12 jam...	53
Tabel 4.5	Kapasitas <i>discharge</i> elektrode LiFePO_4 dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi 8,10 dan 12 jam.....	57
Tabel 4.6	Kapasitas <i>discharge</i> elektrode LiFePO_4 pada <i>scanrate</i> atau <i>constan current</i> yang berbeda.....	61

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Komponen pembentuk sel baterai	7
Gambar 2.2	Mekanisme interkalasi pada baterai ion litium.....	11
Gambar 2.3	Fenomena konduktifitas ionic dan elektronik pada material katoda LiFePO_4	12
Gambar 2.4	Struktur kristal LiFe_2PO_4 tipe olivine.....	17
Gambar 3.1	Seperangkat peralatan XRD <i>Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer) system</i>	24
Gambar 3.2	Seperangkat peralatan SEM di laboratorium COE (<i>Center of Energy</i>) gedung robotika ITS.....	26
Gambar 3.3	Seperangkat peralatan Automatic battery cycler di laboratorium Fisika LIPI, Serpong	26
Gambar 3.4	Diagram Alir proses pemurnian Fe_3PO_4	29
Gambar 3.5	Diagram alir sintesis LiFePO_4/C	30
Gambar 3.6	Diagram akhir preparasi lembaran katoda.....	31
Gambar 4.1	Analisa hasil difraksi sinar-X pasir besi dengan menggunakan software Match2!	35
Gambar 4.2	Grafik DTA-TG prekursor <i>lithium iron phosphate</i> (LiFePO_4)	38
Gambar 4.3	Kurva TG prekursor <i>lithium iron phosphate</i> (LiFePO_4)	39

Gambar 4.4	Serbuk LiFePO_4 hasil proses kalsinasi 500°C dengan variasi waktu penahanan a)8jam, b)10jam dan c)12jam	40
Gambar 4.5	Pola difraksi sinar-X pada berbagai waktu penahan kalsinasi	43
Gambar 4.6	Persebaran komposisi penyusun $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{10\text{h}}$ menggunakan SEM/EDX denhan perbesaran 1400 kali	45
Gambar 4.7	Distribusi ukuran rata-rata partikel pada serbuk pada serbuk LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi selama a) 8 jam, b) 10jam dan c) 12 jam	47
Gambar 4.8	Grafik hubungan antara variasi waktu penahan proses kalsinasi dengan ukuran partikel hasil pengujian PSA.....	49
Gambar 4.9	Kurva CV elektroda LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi selama a) 8 jam, b) 10jam dan c) 12 jam	51
Gambar 4.10	Kurva CV elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{10\text{jam}}$ terhadap waktu pada beberapa <i>scanrate</i> atau tegangan.....	50
Gambar 4.11	Kurva <i>Charge/Discharge</i> elektroda LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi selama a) 8 jam, b) 10jam dan c) 12 jam	54
Gambar 4.12	Kurva <i>Charge/Discharge</i> elektroda LiFePO_4/C 10 jam pada <i>scanrate</i> atau <i>constant current</i> a) $25\mu\text{A}$ dan b) $50\mu\text{A}$	59

Gambar 4.13 Kurva *Charge/Discharge* elektroda LiFePO_4/C 10 terhadap waktu dengan variasi arus konstan a) $25\mu\text{A}$ dan b) $50\mu\text{A}$61

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A	Gambar Proses Sintesis LiFePO_4/C dan Preparasi Lembaran Katoda dan Perhitungan Stokiometri	69
LAMPIRAN B	Data Referensi Nomor PDF untuk Pengolahan dengan Menggunakan Software <i>Rietica</i>	72
LAMPIRAN C	Hasil Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Rietica.....	77
LAMPIRAN D	Hasil Analisis Ukuran dengan Software PSA (<i>Particle Size Analyzer</i>).....	91
LAMPIRAN E	Hasil Analisis Uji <i>Cyclic Voltammetry</i>	93
LAMPIRAN E	Hasil Analisis Uji <i>Charging Discharging Test</i>	96

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada era akhir akhir ini, perkembangan teknologi di Indonesia yang terkait dengan penggunaan energi sangatlah pesat mulai dari teknologi rumah tangga sampai ruang angkasa. Perkembangan teknologi tersebut selain memberikan dampak positif, juga memberikan dampak negatif bagi lingkungan. Salah satu teknologi yang menyumbang terhadap dampak lingkungan tersebut yaitu pada sektor transportasi. Berdasarkan data lingkungan yang ada menunjukkan bahwa sektor transportasi berkontribusi sekitar 23% dari gas emisi gas CO (*Carbon monoxide/ green house gas*) dan tumbuh lebih cepat dari penggunaan energi di sektor lain (Balipost,2014). Hal tersebut menimbulkan munculnya isu kebijakan global yang mengacu dengan adanya teknologi ramah lingkungan atau yang dikenal dengan istilah *green technology*, sehingga diharapkan perkembangan teknologi tersebut sangat memperhatikan aspek keberlanjutan. Dimana teknologi tersebut harus dapat memenuhi kebutuhan mobilitas yang ada secara konsisten dengan memperhatikan sumber daya terbarukan yang ada dan sifat yang bersifat destruktif terhadap lingkungan wajib untuk dihindari. Teknologi ramah lingkungan juga telah menjadi syarat mutlak yang erat kaitannya dengan aspek ekonomi dan sosial, dimana beberapa negara telah meyetujui produk-produk yang berorientasi ramah lingkungan.

Industri transportasi darat adalah salah satu bidang industri yang berkembang pesat di Indonesia dan mengalami peningkatan jumlah produksi tiap tahunnya. Melihat adanya peningkatan tersebut, diharapkan industri transportasi dapat turut berkontribusi dalam menurunkan tingkat emisi gas yang dihasilkan. Berbagai penelitian telah dilakukan untuk mengembangkan teknologi transportasi yang ramah lingkungan, salah satu penerapannya yaitu pada mobil listrik. Mobil listrik adalah sebuah mobil yang

digerakkan dengan tenaga motor listrik, mobil ini umumnya menggunakan energi listrik yang disimpan dalam baterai dengan kapasitas tertentu. Keterkaitan mobil listrik dengan teknologi ramah lingkungan yaitu terletak pada sumber energi yang digunakan. Baterai merupakan salah satu sumber energi bagi mobil listrik yang ramah lingkungan. Sehingga jika dibandingkan dengan mobil-mobil konvensional, mobil listrik tidak menghasilkan emisi gas yang dapat berdampak buruk bagi lingkungan. Selain itu, mobil listrik juga dapat mengurangi emisi gas rumah kaca karena tidak membutuhkan bahan bakar fosil sebagai penggerak utamanya dan pada akhirnya juga dapat mengurangi ketergantungan bahan bakar minyak dari luar negeri. Walaupun mobil listrik memiliki kelebihan yang potensial, namun penggunaan mobil listrik secara meluas dapat menjadi sebuah kekurangan. Sampai pada tahun 2011, harga mobil listrik jauh lebih mahal dibanding dengan mobil konvensional. Hal tersebut dikarenakan sepertiga dari total harga mobil listrik adalah harga dari baterai ion litium itu sendiri. (Yudisti,2014)

Pada akhir - akhir ini, banyak peneliti dari berbagai negara termasuk negara Indonesia mengembangkan teknologi baterai ion litium. Hal tersebut bertujuan untuk meningkatkan kualitas dan kuantitas baterai agar dapat mereduksi nilai dari baterai tersebut. Diharapkan, penelitian tersebut dapat menggantikan peran mobil listrik terhadap mobil konvensional yang berpotensi dalam pencemaran lingkungan. Di Indonesia, isu tentang kemandirian dalam produksi mobil listrik memicu perguruan tinggi dan instansi – instansi untuk mendesain mobil nasional. Seperti yang diuraikan diatas, mobil listrik berkaitan erat dengan baterai sehingga penguasaan ilmu akan baterai sangat diperlukan guna mendukung komitmen pemerintah untuk menjadikan mobil listrik sebagai industri yang strategis.

Kemandirian dalam mendukung teknologi baterai adalah dengan memanfaatkan sumber daya alam Indonesia untuk dijadikan bahan baku pembuatan baterai. Berdasarkan penyelidikan Uni Sovyet, di Indonesia khususnya daerah

Kalimantan Selatan memiliki potensi pasir besi yang paling baik. Namun, kekayaan alam tersebut saat ini masih belum dimanfaatkan secara optimal dan masih banyak di ekspor dalam bentuk bahan mentah (*raw material*). Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematite (Fe_2O_3) dan maghemite (Fe_2O_3) serta silikon oksida (SiO_2) serta senyawa- senyawa lain yang kandungannya lebih rendah (Kurnia, 2010).

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan difokuskan dalam pembuatan material katoda pada baterai dengan memanfaatkan batuan besi tanah laut, Kalimantan Selatan sebagai sumber ion Fe. Pada penelitian ini, akan digunakan metode solid state dalam pembentukan fasa LiFePO_4 dimana bahan utama yang akan digunakan untuk membentuk material katoda LiFePO_4 yaitu Li_2CO_3 sebagai sumber ion Li, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber ion PO_4 dan batuan tanah laut (Fe_3O_4) yang berasal dari sumber daya lokal digunakan sebagai sumber ion Fe. Untuk meningkatkan konduktivitas listrik dari material katoda, maka pada penelitian ini ditambahkan karbon konduktif saat sintesis material katoda yang berasal dari asam sitrat. Proses sintesis material katoda dilakukan pada lingkungan atmosfer nitrogen (N_2) dengan temperatur kalsinasi dibuat tetap dan diberikan variasi waktu penahan proses kalsinasi untuk mengetahui fasa, morfologi dan performa material katoda pada baterai. Karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini yaitu *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan *Particle Size Analyzer* (PSA). Sedangkan untuk karakterisasi sifat elektrokimia baterai akan dikarakterisasi menggunakan *Cyclic Voltamogram* (CV) dan *constant current charge/discharge test*.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan permasalahan dalam penelitian ini adalah:

1. Apakah material katoda LiFePO_4/C dengan bahan dasar ion Fe yang berasal dari batuan magnetit Tanah Laut, Kabupaten

Kalimantan Selatan dengan struktur Fe_3O_4 dapat disintesis melalui mekanisme *solid state*?

2. Bagaimana membentuk fasa partikel pada material katoda LiFePO_4/C yang optimum saat proses kalsinasi?
3. Bagaimana pengaruh komposisi fasa partikel terhadap performa baterai?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah bahan pembentuk *Lithium Ferro Phosphate* (LFP) berupa batuan tanah laut sebagai sumber ion Fe, Li_2CO_3 sebagai sumber ion Li dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber ion phosphate. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode *solid state* dengan temperatur kalsinasi 500°C dalam kondisi lingkungan atmosfer inert (N_2) dengan variasi waktu penahan selama 8, 10, dan 12 jam.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah :

1. Mensintesis material katoda LiFePO_4/C dengan bahan dasar ion Fe yang berasal dari batuan magnetit Tanah Laut, Kabupaten Kalimantan Selatan dengan struktur Fe_3O_4 melalui mekanisme *solid state*.
2. Membentuk fasa tunggal partikel material katoda LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan saat proses kalsinasi.
3. Mengetahui pengaruh komposisi fasa partikel terhadap performa baterai.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini sangat bermanfaat dalam perkembangan keilmuan secara personal maupun instusional khususnya teknologi baterai. Pada penelitian ini juga dikembangkan bahan baku lokal untuk dikembangkan dalam teknologi baterai sehingga

diharapkan negara Indonesia mampu secara mandiri baik dari segi bahan baku maupun teknologi.

1.6 Sistematika Penulisan

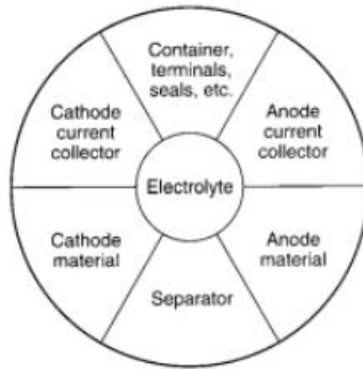
Penulisan Tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai

Baterai didefinisikan sebagai suatu alat yang dapat mengubah langsung energi kimia menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia. Sel baterai adalah unit terkecil dari suatu sistem proses elektrokimia yang terdiri dari elektroda, elektrolit, separator, wadah dan terminal/current collector. Pembagian komponen sel baterai terlihat dalam gambar 2.1



Gambar 2.1 Komponen pembentuk sel baterai (Triwibowo, 2011)

Komponen terpenting sel baterai adalah :

1. Elektroda negatif/ anoda, yaitu elektroda yang melepaskan elektron ke rangkaian luar serta mengalami proses oksidasi pada proses elektrokimia.
2. Elektroda positif/ katoda, yaitu elektroda yang menerima elektron dari rangkaian luar serta mengalami proses reduksi pada proses elektrokimia.
3. Penghantar ion elektrolit, yaitu media transfer ion yang bergerak dari anoda ke katoda dalam sel baterai saat penggunaan. Fisik elektrolit umumnya berupa cairan atau larutan dimana molekul garam larut didalamnya.

Berdasarkan kemampuannya untuk dikosongkan (discharged) dan diisi ulang (recharged), baterai dibagi menjadi dua, yaitu baterai primer dan baterai sekunder. Kemampuan atau ketidakmampuan sebuah baterai untuk diisi ulang terletak pada reaksi kimiawi dalam baterai tersebut. Definisi mengisi ulang adalah membalikan reaksi kimia yang terjadi dalam sebuah baterai dengan menerapkan arus listrik pada potensial tertentu. Pada baterai sekunder pembalikan reaksi tersebut dapat terjadi, sedangkan pada baterai primer, pembalikan reaksi tersebut tidak dapat terjadi.

1. Baterai primer

Baterai primer adalah baterai yang tidak dapat diisi ulang. Setelah kapasitas baterai habis (fully discharged), baterai tidak dapat kembali. Sifat dan struktur material elektroda yang digunakan tidak menunjukkan penambahan energi listrik pada baterai yang efektif saat diisi ulang/ recharged. Pada umumnya baterai primer murah, mudah digunakan sebagai sumber listrik untuk peralatan portabel, memiliki densitas energi listrik yang besar dengan kecepatan discharged yang rendah dan tidak memerlukan perawatan. Beberapa contoh baterai jenis ini adalah baterai Seng-Karbon (Baterai Kering), baterai Alkalin dan baterai Merkuri.

2. Baterai sekunder

Baterai sekunder adalah baterai yang dapat diisi ulang. Kemampuan diisi ulang baterai sekunder bervariasi antara 100 – 500 kali (satu siklus adalah satu kali pengisian dan pengosongan). Beberapa contoh baterai sekunder adalah baterai Timbal-Asam (Aki), baterai Ni-Cd, Baterai Ni-MH, baterai Litium ion. (Triwibowo, 2011)

2.2 Baterai Lithium

Baterai litium merupakan baterai yang tersusun dari sel elektrokimia yang mampu menyimpan dan menghasilkan

konversi dari reaksi kimia menjadi energi listrik. Konfigurasi dasar suatu sel baterai terdiri dari 3 bagian yaitu anoda, katoda dan elektrolit. Dimana katoda merupakan elektroda positif dimana terjadi reaksi reduksi yang menerima elektron dari sirkuit luar.

Anoda adalah elektroda negatif yang berkaitan dengan reaksi oksidasi setengah sel yang melepaskan elektron ke dalam sirkuit eksternal. Grafit merupakan material yang umumnya biasanya digunakan karena keunggulannya yang memiliki kapasitas tinggi, namun juga memiliki keterbatasan dimana grafit tidak mampu dalam kondisi *high rate discharge* dikarenakan host yang dimiliki grafit adalah interkalasi satu dimensi. Kondisi tersebut akan menimbulkan perubahan permukaan pada lapisan anoda sehingga rentan terhadap terjadinya hubungan pendek pada baterai yang berakibat eksplosif dari segi faktor keamanan (Subhan, 2011).

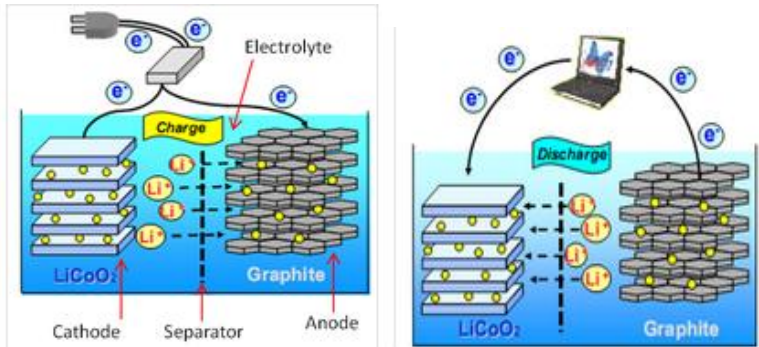
Komponen elektrolit merupakan material yang berfungsi sebagai penghantar ion litium dari anoda ke katoda dan begitu pula sebaliknya. Karakteristik yang perlu dimiliki elektrolit adalah konduktifitas ionik tinggi dan elektronik yang rendah sehingga mampu menghantarkan ion selama proses redoks tanpa terjadi kebocoran arus elektron. Salah satu jenis elektrolit yang digunakan pada baterai lithium adalah elektrolit cair. Sesuai dengan namanya elektrolit ini berbentuk cairan, dan pada umumnya mengandung Lithium Hexafluorophosphate (LiPF_6) yang dilarutkan dalam zat pelarut organik. Syarat-syarat zat pelarut organik yang digunakan pada baterai litium ion diantaranya sifat fisisnya bisa digunakan pada suhu $30\sim 80^\circ\text{C}$, memiliki konduktivitas tinggi, dan viskositas yang rendah sehingga ion litium dapat berpindah dengan mudah, selain itu harus memiliki sifat kimiawi yaitu stabil, tidak mudah terbakar, dan tidak berbahaya. Selama ini zat pelarut organik yang banyak digunakan pada baterai litium adalah campuran antara ethylene carbonate (EC) dan dimethyl carbonate (DMC) (Zhang, 2008).

Selain tiga komponen tersebut, terdapat komponen lain yaitu, komponen separator. Separator berbentuk plastik film *microporous* (nanopori), atau material *inert* berpori yang diisi elektrolit cair. Sifat listrik separator ini mampu dilewati oleh ion tetapi juga mampu memblokir elektron, jadi bersifat konduktif ionik dan tidak konduktif elektron. Polyolefin merupakan bahan yang sangat umum digunakan pada separator, khususnya pada laptop dan hp, karena tipis dan memiliki kestabilan elektrokimia yang baik. Polyolefin sendiri terdiri atas perpaduan antara polypropylene (sebagai penyangga utama, backbone) dan polyethylene sebagai pelapis pada lubang/pori-pori. Polyethylene berfungsi dalam hal keamanan bila terjadi panas berlebihan karena titik leleh yang dimiliki pada suhu diatas 120-130°C (Zhang, 2008).

Reaksi kimia dalam baterai litium bersifat *reversible*, sehingga material penyusun sel dipilih dari material yang memiliki struktur kristal dengan kemampuan "*insertion compound*", yaitu material yang mampu menerima dan melepaskan ion litium tanpa mengalami perubahan atau kerusakan dalam struktur kristalnya. Kemampuan kapasitas energi yang tersimpan dalam baterai litium tergantung pada banyaknya ion lithium yang dapat disimpan dalam struktur bahan elektrodanya dan berapa banyak yang dapat digerakkan pada proses *charging* dan *discharging*, karena jumlah arus elektron yang tersimpan dan tersalurkan sebanding dengan jumlah ion litium yang bergerak.

Pada proses *charging*, material katoda akan terionisasi dan menghasilkan ion litium bermuatan positif dan bermigrasi ke dalam elektrolit menuju elektroda anoda, sementara elektron yang diberikan akan dilepaskan melalui rangkaian luar menuju anoda. Ion litium akan masuk ke dalam anoda melalui mekanisme interkalasi seperti pada gambar 2.2. Sedangkan saat proses *discharging* akan terjadi aliran ion dan elektron dengan arah kebalikan dari proses *charging*. Interkalasi merupakan proses pelepasan ion litium dari struktur kristal bahan elektroda dan

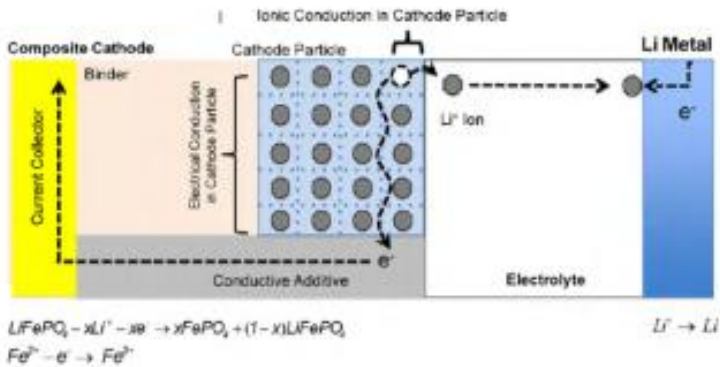
pemasukan ion litium pada struktur kristal bahan elektroda yang lain. (Subhan, 2011)



Gambar 2.2 Mekanisme interkalasi pada baterai ion litium (Zhang,2008)

2.3 Material Katoda

Material katoda merupakan komponen elektroda yang penting dalam pembuatan sel baterai khususnya baterai ion litium. Dimana material katoda menjadi acuan dalam menghitung kapasitas sel baterai secara teoritik. Untuk setiap berat material katoda, jumlah ion lithium yang dilepaskan material katoda saat charging dan jumlah ion litium yang kembali dalam waktu tertentu ke material katoda saat proses discharging menggambarkan densitas energi dan densitas power sel baterai. Semakin banyak ion litium yang dipindahkan dari katoda ke anoda maka semakin besar pula densitas energi sel baterai. Semakin banyak ion litium yang kembali ke katoda dari anoda setiap detiknya, maka semakin besar densitas powernya. Sehingga performa atau *rate capability* sel baterai bergantung pada kondisi transfer muatan atau *charge transfer*. Mekanisme ini berkaitan dengan proses difusi dan konduktifitas elektronik dan ionik dari komponen pembentuk sel baterai.



Gambar 2.3 Fenomena konduktifitas ionik dan elektronik pada material katoda (Park, 2010)

Berdasarkan gambar 2.3 terlihat bahwa material katoda harus bersifat konduktif ionik dan konduktif elektronik. Berbeda dengan material elektrolit yang hanya memfasilitasi ion litium berpindah dari katoda ke anoda atau sebaliknya, hingga harus bersifat konduktif ionik saja. Karena didalam material katoda saat proses charging, ion litium akan dilepaskan dari katoda ke anoda melalui elektrolit, dengan begitu katoda harus bersifat konduktif ionik. Bersamaan dengan itu, elektron akan dilepaskan melewati rangkaian luar menuju anoda, hal ini menunjukkan katoda harus bersifat konduktif elektronik. (Park, 2010)

Berbagai cara digunakan untuk sintesis LiFePO_4 , kebanyakan menggunakan metode solid state dan larutan. Metode solid state menggunakan perlakuan dengan temperatur tinggi pada prekursor, sedangkan sintesis basah (kelarutan) secara normalnya meningkatkan kelarutan prekursor. Untuk mengetahui lebih detail dari keduanya, akan dijelaskan pada subab berikutnya.

1. Metode pelarutan

Metode kelarutan telah dikembangkan untuk membentuk partikel berukuran kecil (sampai nanometer) dengan mengatur kehomogenan dalam mensintesis LiFePO_4 dengan kemurnian tinggi. Hasil yang didapat akan

memungkinkan untuk memiliki kapasitas discharge yang tinggi dibawah nilai arus yang sangat besar. Metode hydrothermal, sol- gel synthesis dan kopresipitasi adalah contoh dari metode pelarutan untuk menghasilkan LiFePO_4 .

a. Metode hydrothermal

Sintesis hydrothermal secara normalnya dilakukan dalam kelarutan cair yang berisikan prekursor dan dipanaskan diatas titik didih dari air yang digunakan. Sintesis dari LiFePO_4 murni dimungkinkan berasal dari pemanasan kelarutan prekursor atau pelapisan dengan karbon konduktif yang digunakan. Dalam metode ini, kalsinasi pada temperatur tinggi sangat dibutuhkan. Dikarenakan difusi ion dan pertumbuhan dari kristal dipercepat dengan pemanasan air dan secara relatif akan lebih cepat. Secara umum, reaksi hydrothermal dilakukan dalam *autoclave* pada temperatur yang tetap yaitu kurang dari 150°C .

b. Sol-gel synthesis

Metode sol-gel adalah metode yang biasa digunakan untuk membentuk LiFePO_4 dengan kemurnian dan kehomogenan yang tinggi pada temperature yang lebih rendah dari metode *solid state reaction*. Sol adalah inti dari sebuah penguraian dari partikel koloid dalam medium cair saat gel berada dalam hubungan kerangka yang rapi yang dibuat oleh partikel koloid dengan pori berdimensi submikrometer. Ukuran partikel dan perbandingan *cross linking* yang tinggi meningkatkan sifat dari gel. Untuk memperoleh padatan LiFePO_4 , gel harus dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu tinggi untuk menghilangkan pelarut yang masih tersisa. Beberapa parameter yang perlu diperhatikan seperti temperatur, Ph, waktu, prekursor, pelarut, konsentrasi dan viskositas akan berpengaruh terhadap morfologi, bentuk dan ukurran dari LiFePO_4 . Keuntungan dari metode sol-gel adalah kemampuannya

untuk mengatur struktur dari LiFePO_4 pada skala ukuran nanometer mulai dari proses dimulai.

c. Metode kopresipitasi

Metode lain yang menjanjikan dalam memproduksi LiFePO_4 dengan kemurnian tinggi dan berukuran kecil yang akhir-akhir ini digunakan oleh beberapa peneliti adalah metode kopresipitasi. Dalam metode ini, semua prekursor dicampur dalam sebuah pelarut dan dibiarkan sampai mengendap dengan mengontrol nilai pH pada larutan. Kemudian hasil dari campuran yang berisikan LiFePO_4 amorf disaring, dicuci dan dikeringkan sebelum dikalsinasi pada temperatur yang lebih tinggi ($500\text{--}800^\circ\text{C}$) selama beberapa jam dalam gas inert.

2. Metode solid state

Selain metode kelarutan, terdapat beberapa metode yang berhubungan dengan proses kimia dalam pembentukan serbuk LiFePO_4 . Berikut yang termasuk metode solid state reaction, reduksi karbotermal, aktivasi mekanik, microwave heating. Umumnya metode tersebut dilakukan pada temperatur yang tinggi hingga menghasilkan struktur kristal LiFePO_4 .

a. Reaksi solid state

Reaksi solid state merupakan metode konvensional yang biasanya digunakan untuk menghasilkan material padatan dan secara luas digunakan oleh beberapa peneliti dunia untuk mensintesis LiFePO_4 . Metode ini menghasilkan serbuk pokristaline hasil dari campuran prekursor serbuk yang dipanaskan hingga temperatur tinggi sekitar beberapa ratus derajat celsius sesuai dengan temperatur kristalinisasi yang dibutuhkan material. Pada penelitian yang dilakukan oleh Yamada dalam mensintesis LiFePO_4 , metode tersebut dilakukan dengan mencampurkan prekursor tanpa pelarut. semua prekursor dicampur baik menggunakan *ball mill* atau menggunakan alat yang lebih sederhana dengan mortar.

Kemudian dilanjutkan dengan proses pemeletan, pre-calcination, grinder, dan mengkalsinasi kembali dengan temperatur yang lebih tinggi.

b. Metode reduksi karbotermal

Sintesis karbotermal pada intinya digunakan untuk mengurangi metal oksida. Dalam kasus LiFePO_4 , hal tersebut dilakukan dengan meningkatkan prekursor besi, memudahkan tersedianya Fe_2O_3 atau FePO_4 , penggunaan glukosa sebagai sumber karbon yang berfungsi sebagai agen pereduksi. Metode ini termasuk dalam endotermik tinggi, dimana membutuhkan energi tinggi yaitu lebih dari 600°C untuk berlangsungnya reaksi dan temperatur rendah untuk memudahkan dalam melepaskan pembentukan CO_2 .

c. Aktivasi mekanik

Aktivasi mekanik hampir sama dengan metode solid state reaction hanya berbeda pada peningkatan kereaktifan kimia dengan menggunakan *high energy ball milling*. Seringkali, Fe^{3+} dan Fe^{2+} digunakan sebagai prekursor besi, saat sukrosa dan *acetylene black* digunakan sebagai sumber karbon. Pada saat prekursor dicampur menggunakan *ball milling* sebelum kalsinasi, serbuk LiFePO_4/C yang dihasilkan memiliki distribusi ukuran partikel yang homogen (200-300nm) dan memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi dengan konduktifitas elektrik yang tinggi. Lamanya waktu (8-24jam) selama proses kalsinasi berubah sesuai waktu milling (5-24jam). Semakin lama waktu milling akan mempercepat proses kalsinasi sehingga kurangnya waktu milling dibutuhkan untuk perlakuan panas.

d. Teknologi microwave

Keutamaan yang menarik dari teknologi *microwave* dalam sintesis material adalah waktu prosesnya yang lebih pendek. LiFePO_4 dapat disintesis dengan beberapa menit dengan menggunakan panas yang dihasilkan pada

prekursor LiFePO_4 yang disebut dengan karbonat atau litium asetat sebagai sumber Li, iron acetate atau iron oxalate sebagai sumber Fe dan ammonium dihydric phosphate sebagai sumber P. Saat proses pemanasan diatur, metode ini dapat menurunkan pemakaian energi sedikit demi sedikit dan membutuhkan biaya yang lebih rendah. Pemanasan yang berkepanjangan memudahkan untuk pembentukan fasa Fe_2P dengan jumlah yang terus menerus bertambah sesuai dengan peningkatan waktu pemanasan. Selanjutnya berubah menjadi fasa $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$ yang tidak diinginkan setelah mencapai titik kritisnya. Kurangnya waktu pemanasan menyebabkan kurangnya proses kristalisasi dari LiFePO_4 yang dapat menurunkan performa elektrokimia.

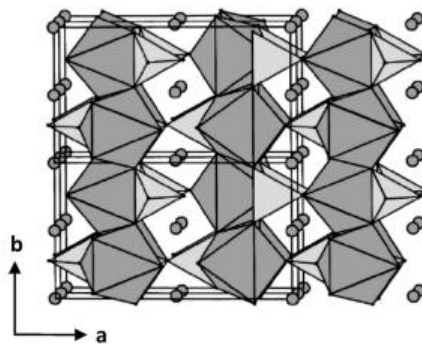
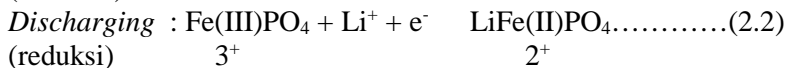
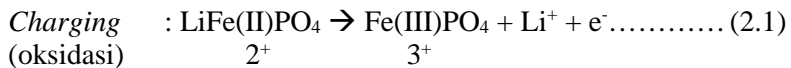
e. Sintesis flame spray

Diantara metode fasa gas, sintesis flame spray telah dikembangkan sebagai cara untuk memproduksi serbuk LiFePO_4/C dengan ukuran yang tepat (berkisar antara kurang dari 1 mikron samapai 58nm) dan morfologi yang homogen untuk konstan nilai yang tetao. Kelarutan prekursor diultrasonik atau peristaltically disemprotkan dengan bantuan gas pembawa dalam reaktor temperatur tinggi, seperti tube furnace ($450\text{-}650^\circ\text{C}$) atau flame reactor. Secara umum LiFePO_4 diproduksi menggunakan teknik yang mempunyai kriticalitas yang rendah dan membutuhkan perlakuan panas terakhir pada gas inert. (Hamid, 2013)

2.4 *Lithium Iron Phospat Tipe Olivine*

LiFePO_4 triphylite termasuk dalam keluarga olivine yaitu lithium ortho phopaste dengan struktur kristal orthorombic dalam space group Pmna. Struktur kristal ini memiliki parameter kisi $a=10,33\text{\AA}$, $b=6,01\text{\AA}$, $c=4,69\text{\AA}$ dan volume unit sel (V)= $291,2\text{ \AA}^3$. Struktur olivine ini terdiri dari FeO_6 yang berbentuk octahedra dan LiO_6 yang sejajar dengan sumbu b, yang dihubungkan dengan

PO_4 yang berbentuk tetrahedra. Struktur PO_4 ini yang membuat fasa LiFePO_4 tetap stabil saat proses pelepasan ion litium pada interkalasi (Toprakci, 2010). Saat proses interkalasi, ketika ion litium meninggalkan katoda melewati elektrolit menuju anoda, maka akan dihasilkan satu bentuk fasa FePO_4 heterosit tanpa mengubah struktur olivine. Namun konstanta kisi berubah menjadi $a=9,81 \text{ \AA}$, $b = 5.79 \text{ \AA}$, $c = 4,78 \text{ \AA}$ dan $V = 271,5 \text{ \AA}^3$ untuk FePO_4 yang sesuai dengan pengurangan volume kisi 6,77%, peningkatan c sebesar 1,9% dan penurunan parameter kisi a dan b untuk masing masing sebesar 5% dan 3,7%. Karena atom oksigen terikat kuat oleh atom Fe dan P, struktur LiFePO_4 lebih stabil pada temperatur tinggi daripada lapisan oksida seperti LiCoO_2 . LiFePO_4 lebih stabil sampai temperatur 400°C , saat LiCoO_2 mulai terdekomposisi pada suhu 250°C . Hasil stabilitas kisi yang tinggi akan meningkatkan performa cyclic dan kinerja keamanan pada LiFePO_4 . Namun ikatan kovalen oksigen yang kuat menyebabkan difusi ion rendah (10^{-13} sampai 10^{-16}) dan konduktivitas elektronik juga semakin rendah ($\sim 10^{-9} \text{ cm}^{-1}$). Proses yang terjadi saat interkalasi dan deinterkalasi pada katoda LiFePO_4 adalah sebagai berikut :



Gambar 2.4 Struktur kristal LiFePO_4 tipe Olivine (Zhang, 2011)

Secara teoritis, LiFePO_4 tipe olivine memiliki kapasitas muatan 170 mAh/g dan voltage open – circuit sebesar 3,45 V. Hambatan utama untuk mencapai kapasitas teoritis adalah konduktivitas elektronik intrinsik dan kecepatan difusi ion Li^+ yang rendah. (Zhang, 2012)

Untuk meningkatkan konduktivitas elektronik, pelapisan karbon adalah aplikasi yang cukup diakui. Pelapisan karbon adalah salah satu teknik yang paling penting yang digunakan untuk meningkatkan kapasitas spesifik, tingkat performa dan *cycling life* dari LiFePO_4 . Peran utama lapisan karbon adalah untuk meningkatkan konduktivitas elektronik dari LiFePO_4 sehingga material aktif dapat dimanfaatkan sepenuhnya pada tingkat arus yang tinggi. Pelapisan karbon juga dapat mereduksi ukuran partikel dari LiFePO_4 dengan cara menghambat pertumbuhan partikel selama proses sintering. Selain itu, karbon dapat bertindak sebagai agen pereduksi untuk menekan oksidasi dari Fe^{2+} menuju Fe^{3+} selama proses sintering dan dengan demikian dapat memudahkan kebutuhan atmosfer selama sintesis. Dengan pelapisan karbon, akan menghasilkan partikel berukuran mikro yaitu ~ 300 nm dan menunjukkan kemampuan yang baik sebanding dengan partikel berukuran nano. Namun, kelemahan dari pelapisan karbon diantaranya membutuhkan biaya proses yang tinggi dan mengurangi tap density, yang dapat menyebabkan tingginya biaya energi dan kerapatan energi pada sel baterai rendah. Oleh karena itu, pelapisan karbon merupakan hal yang sangat penting dalam meningkatkan performa baterai dan target biaya untuk aplikasi kendaraan listrik. Sedangkan untuk meningkatkan difusi ion litium, ukuran nano partikel LiFePO_4 diperlukan. Dengan mengurangi ukuran partikel, jarak transportasi untuk elektron dan ion litium berkurang (Zhang, 2011).

2.5 Bahan Pembentuk *Lithium Iron Phospat*

2.5.1 *Lithium Carbonate* (Li_2CO_3)

Karakteristik dari Li_2CO_3 diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur 735°C , terurai pada suhu 1200°C , dan memiliki indeks refraksi 1,428. Bersifat menyerap air (hygroskopis), memiliki kadar racun rendah. Dalam pembuatan keramik dan gelas litium karbonat digunakan sebagai katalis dan sebagai lapisan untuk menyatukan elektroda, sedangkan dalam medis sebagai anti depresan. Bentuk kristal Li_2CO_3 adalah monoklinik (Merck, 2013)

2.5.2 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (*di-Amonium Hidrogen Phospat*)

Di-Amonium Hidrogen Phospat memiliki sinonim *Phosphammite*. Karakteristik dari $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki densitas 1619 kg m^{-3} , larut dalam air, tidak larut dalam alkohol dan asam serta memiliki kadar racun rendah. Bentuk kristal $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ adalah monoklinik (Merck, 2013)

2.5.3 Besi (III) Oksida (Fe_3O_4)

Pasir merupakan bahan alam yang tersedia sangat melimpah di Indonesia. Pasir biasa dimanfaatkan untuk bahan bangunan sebagai campuran semen dalam pembuatan tembok sebagai pelapis batu bata Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematite ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) dan maghemite ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) serta silikon oksida (SiO_2) serta senyawa-senyawa lain yang kandungannya lebih rendah. Pasir besi umumnya ditambang di areal sungai/dasar sungai atau tambang pasir (*quarry*) di pegunungan, tetapi hanya beberapa saja pegunungan di Indonesia yang banyak mengandung pasir besi. (Kurnia, 2010)

Besi (II, III) oksida (Fe_3O_4) atau besi oksida besi juga dikenal sebagai magnetite atau magnet dalam bentuk mineral (RM Cornell, 2003). Magnetit mempunyai rumus kimia Fe_3O_4 dan mempunyai struktur spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, di mana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} .

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada pembuatan bahan katoda LiFePO_4/C pada penelitian ini, antara lain:

1. Fe_3O_4
2. $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
3. Li_2CO_3
4. Asam Sitrat
5. Alkohol
6. PVDF
7. *Acetylene Black*
8. DMAC
9. Lithium Hidroksifluorophospat (LiPF_6)
10. Lithium Metal

3.1.2 Peralatan

Sedangkan peralatan pendukung untuk pembuatan bahan katoda LiFePO_4/C ini antara lain:

- | | |
|--|---------------------------|
| 1. Gelas beaker beraneka volume (<i>pyrex</i>) | 13. <i>Grid</i> |
| 2. Spatula logam | 14. Mesin press Hidrolik |
| 3. Timbangan digital | 15. Cetakan pellet |
| 4. Mortar dan penumbuknya | 16. Penjepit sampel |
| 5. Cawan keramik (Cawan Petry) | 17. <i>Glove Box</i> |
| 6. Planetary Ball Mill | 18. <i>Battery Holder</i> |
| 7. Bola zirkonia | 19. <i>Siever</i> |
| 8. Oven | |
| 9. Pipet | |
| 10. <i>Tube Furnice</i> | |
| 11. <i>Crucible</i> | |
| 12. <i>Aluminium Foil</i> | |

Sedangkan karakterisasi yang digunakan menggunakan alat sebagai berikut: *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Particle Size Analyzer (PSA)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, uji *Cyclic Voltammetry (CV)* serta uji *Charge/Discharge Test (CD)*.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Proses Pemurnian Fe_3O_4

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses pemurnian pasir besi Fe_3O_4 adalah:

1. Bahan dasar batu besi dari Kalimantan selatan ditumbuk kasar menggunakan penumbuk besi
2. Kemudian hasil tumbukan digerus menggunakan mortar sampai menjadi serbuk halus
3. Setelah itu, pasir besi di ayak menggunakan *siever* berukuran 140 mesh
4. Pasir besi yang telah di ayak di uji XRF untuk mengetahui kandungan unsur pada pasir besi
5. Lalu dilakukan pemurnian pasir besi Fe_3O_4 menggunakan *ultrasonice cleaner* dalam medium larutan alkohol selama 10 kali sampai tidak terlihat impuritas atau pengotor (secara kualitatif) dan pengurangan massa yang tidak terlalu *significant* (secara kuantitatif).
6. Pasir besi (Fe_3O_4) yang telah murni di uji XRF untuk mengetahui kemurnian pasir besi setelah dilakukan *ultrasonice cleaner*.

3.2.2 Sintesis LiFePO_4/C

Langkah-langkah yang dilakukan dalam sintesis LiFePO_4/C adalah:

1. Prekursor Fe_3O_4 , Li_2CO_3 , dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dicampur menggunakan *Planetary Ball Mill* (300 rpm) selama 4 jam.
2. Kemudian dipanaskan menggunakan oven dengan suhu 110°C selama 24 jam

3. Setelah kering, dilakukan *mixing* menggunakan mortar hingga prekursor LiFePO_4 menjadi homogen.
4. Lalu serbuk LiFePO_4 disatukan dengan karbon konduktif berupa asam sitrat melalui proses kalsinasi dengan $T = 500^\circ\text{C}$ serta variasi holding time selama 8, 10 dan 12 jam pada *tube furnace* gas inert (aliran nitrogen).

3.2.3 Proses Pembuatan Lembaran Katoda

Langkah- langkah yang dilakukan dalam proses pembuatan lembaran katoda baterai LiFePO_4/C adalah:

1. Serbuk LiFePO_4/C , PVDF dan *Acetylene Black* dengan perbandingan ratio 80 : 10 : 10 dicampur menggunakan *magnetic stirrer* dalam medium larutan DMAC selama 20 menit dan kecepatan 150 rpm.
2. Slurry katoda yang dihasilkan dilapiskan pada current collector berupa aluminium foil atau grid yang terbuat dari nickel.
3. Slurry katoda yang telah dilapiskan pada *current collector* dipanaskan dalam oven dengan $T = 60^\circ\text{C}$ selama 24 jam.
4. Setelah itu, lembaran katoda yang telah kering di kompaksi dengan tekanan 500 Psi selama 5 menit.
5. Lembaran katoda siap diaktivasi pada baterai *coin cell*.

3.3 Karakterisasi Bahan Uji

3.3.1 X-Ray Diffractometer (XRD)

Identifikasi fasa yang terbentuk dalam sampel hasil sintesis dilakukan dengan melakukan pengujian Difraksi Sinar X. Sampel yang akan diidentifikasi berupa serbuk hasil dari proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 8, 10, 12 jam. Pada pengujian ini digunakan peralatan difraksi sinar-X tipe Rigaku di Lembaga Ilmu Penelitian (LIPI), Kompleks Puspitek, Serpong. Pengukuran ini dilakukan menggunakan radiasi sinar $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,541862 \text{ \AA}$) pada tegangan 40 Kv dan menggunakan arus 30 mA. Data difraksi dikumpulkan dalam range 2 θ antara sudut 15° sampai 80° dengan *scanning step* $0,02^\circ$.



Gambar 3.1 Seperangkat peralatan XRD *Philips X'Pert MPD*
(*Multi Purpose Diffractometer*) system

Teori terjadinya difraksi pada kristal diilustrasikan sebagai susunan teratur atom-atom secara 2 dimensional yang terangkum dalam hukum Bragg, yang dinyatakan dalam persamaan

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = \lambda$$

Dengan λ adalah panjang gelombang radiasi, θ_{hkl} adalah sudut pengukuran dan d_{hkl} adalah jarak antar bidang kristal. Indeks (hkl) disebut indeks Miller yang berkaitan dengan bidang imajiner dalam kristal. Jika sudut pengukuran diubah dan memenuhi hukum Bragg, maka pada sudut 2θ akan muncul puncak difraksi. Difraksi adalah gabungan fenomena hamburan (scattering) gelombang dan interferensi saling menguatkan gelombang-gelombang. Difraksi kristal hanya akan terjadi jika panjang gelombang radiasi yang digunakan berorde angstrom. Karena jarak antar bidang kristal d_{hkl} berorde angstrom. Salah satu radiasi yang sesuai adalah sinar-x.

Pola difraksi yang dihasilkan berisi atas informasi yang menghubungkan sudut pengukuran dan intensitas. Intensitas merupakan cacah pulsa hamburan radiasi yang diterima detektor pada sudut pengukuran tersebut. Jika hukum Bragg terpenuhi, maka intensitas difraksi akan naik membentuk puncak difraksi

(Pratapa,2014). Setiap puncak difraksi memiliki tiga karakter dasar, yaitu (1)posisi, (2) tinggi, dan (3) lebar dan bentuk.

3.3.2 Particle Size Analyzer (PSA)

Karakterisasi PSA digunakan untuk mengetahui ukuran rata rata partikel LiFePO_4/C yang dihasilkan melalui proses ball milling. Pengujian dilakukan di Laboratorium zat padat,Fisika, ITS Surabaya. Pengujian PSA dilakukan dengan menggunakan metode basah dimana metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji. Hal tersebut dilakukan agar material uji tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Sehingga, ukuran partikel yang terukur adalah *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

3.3.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah salah satu jenis microscope electron yang menggunakan berkas electron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Prinsip kerja dari SEM adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas electron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detector yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh material yang dianalisis. Selain itu juga dapat menentukan lokasi berkas elektron yang berintensitas tinggi itu. Pantulan elektron elektron sekunder, elektron elektron terhambur dan radiasi sinar X karakteristikkan memberikan informasi tentang material uji seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material uji apabila dihubungkan dengan alat EDX (*Energy Dispersive X-Ray*).



Gambar 3.2 Seperangkat peralatan SEM di laboratorium COE (Center of Energy) gedung robotika ITS Surabaya.

3.3.4 Pengujian Performa Elektrokimia Baterai

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui kapasitas muatan charge/discharge baterai melalui kurva yang dihasilkan berdasarkan metode constant current charge/discharge dan proses elektrokimia baterai saat charge/discharge melalui kurva CV yang dihasilkan dari alat *automatic battery cycler*. Pengujian ini dilakukan di Fisika LIPI Komplek Puspitek, Serpong.



Gambar 3.3 Seperangkat peralatan Automatic battery cycler di Laboratorium Fisika LIPI, Serpong

a. Cyclic Voltammetry

Cyclic voltammetry adalah metode elektrokimia yang biasa digunakan untuk mengetahui reaksi redoks, pergerakan kinetik dari perpindahan elektron. Prinsip

kerja dari metode ini adalah dengan mengukur arus terhadap perbedaan potensial yang digunakan. Data yang dihasilkan digambarkan sebagai grafik antara arus terhadap potensial yang digunakan. Untuk pengukuran dari material katoda, pembacaan biasanya dimulai dengan menggunakan tegangan rendah dan meningkat menjadi potensial yang lebih tinggi sebelum kembali ke potensial awal. Kenaikan pada puncak arus yang terlihat mengindikasikan terjadinya reaksi oksidasi. Sedangkan reaksi reduksi terjadi ketika arus turun.

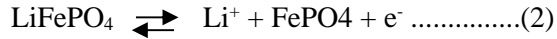
b. Charge Discharge Test

Charge discharge test digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material dalam menghasilkan kapasitas, tentunya pada arus yang diberikan. Pada umumnya pengukuran ini minimal diulang sekitar 3-5 kali. Dari pengukuran ini, informasi mengenai kapasitas yang dihasilkan sebagai fungsi nilai arus dapat diketahui. Pada pengukuran kapasitas, arus konstan yang digunakan mencapai tergang *cut off* nya. Kapasitas dari sel baterai diketahui dengan cara mengalikan discharge current (mA) dengan waktu (h) untuk mencapai batas. Nilai arus biasanya disebut dengan C-rate yang mengindikasikan jumlah pengisian yang dapat dihasilkan dalam waktu tertentu dengan C adalah kapasitas dan t adalah waktu

$$C = \frac{I}{t}$$

Sebagai contoh, LiFePO_4 memiliki kapasitas secara teori 170mA dalam satu jam dioperasikan pada 1C. Pada umumnya, sel baterai awalnya diuji pada nilai arus yang sangat rendah seperti C/10 atau C/20 dan nilai tersebut digunakan sebagai kapasitas percobaan selama perhitungan kapasitas dari material. Kapasitas spesifik teori dari LiFePO_4 dapat diperoleh dari asumsi bahwa 1

mol Li mengalami deinterkalas dalam 1 mol LiFePO_4 yang ditunjukkan pada persamaan

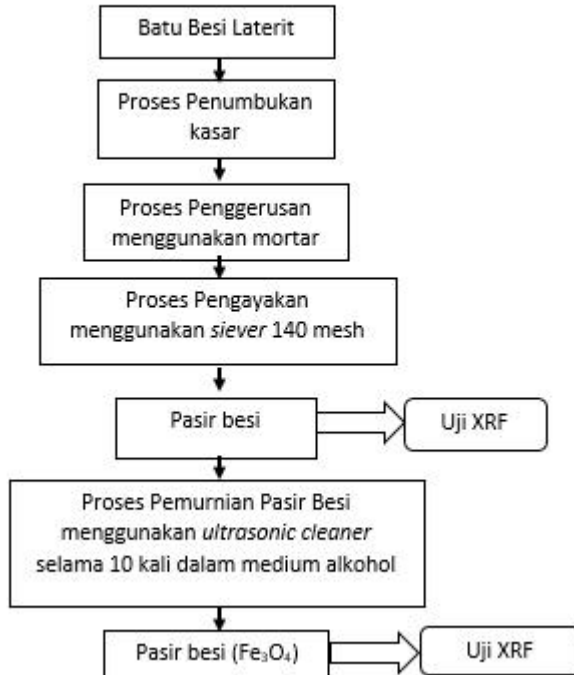


oleh kerana itu, dengan mengaplikasikan persamaan Faraday (Pers. 2), dapat menghitung kapasitis teori dari LiFePO_4 . Dapat diketahui bahwa massa molekul dari LiFePO_4 adalah $M_r = 158 \text{ g/mol}$, konstanta Faraday adalah $F = 96500 \text{ C/mol}$ dan z adalah jumlah elektron yang berpindah yaitu 1, sehingga kapasitis teori dari LiFePO_4 berdasarkan perhitungan 170 mAh g^{-1} .

$$capacity = \frac{z \cdot F}{M}$$

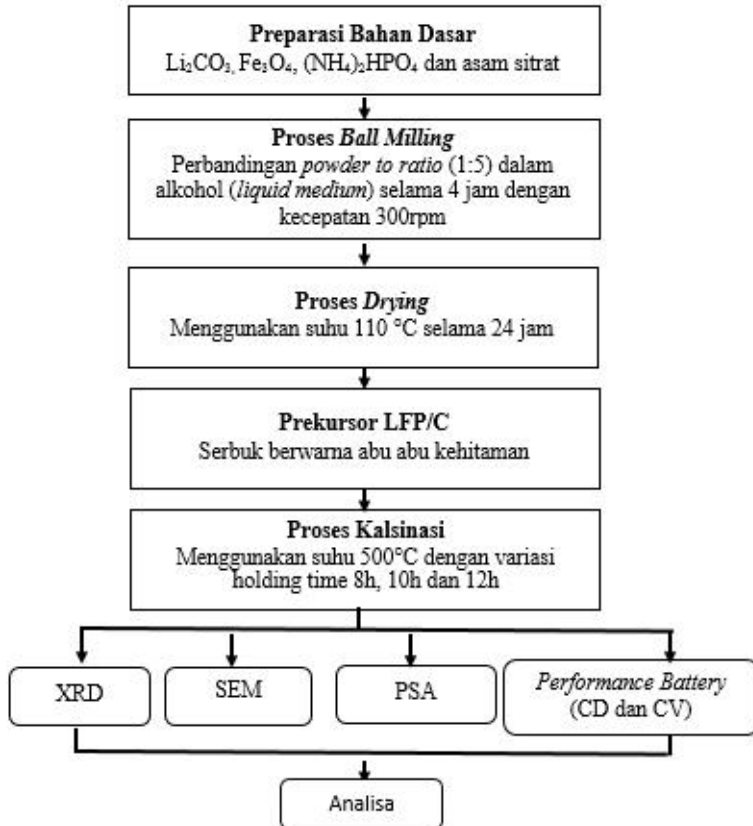
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Proses Pemurnian Fe_3O_4



Gambar 3.4 Diagram Alir proses pemurnian Fe_3O_4

3.4.2 Sintesis LiFePO₄/C



Gambar 3.5 Diagram alir sintesis LiFePO₄/C

3.4.3 Proses Preparasi Lembaran Katoda



Gambar 3.6 Diagram alir preparasi lembaran katoda

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Material Katoda LiFePO_4/C

Pada katoda baterai ion lithium, performa charge/discharge baterai sangat dipengaruhi oleh struktur geometri dan fasa pada katoda. Pada penelitian ini pembuatan elemen katoda baterai ion lithium diproses melalui mekanisme *solid state reaction*. Bahan – bahan pembentuk dari prekursor LiFePO_4 diantaranya Li_2CO_3 sebagai sumber ion Li, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber ion PO_4 dan Fe_3O_4 sebagai sumber ion Fe. Bahan- bahan pembentuk tersebut dicampur pada *ball mill* dengan kecepatan 300rpm selama 4 jam. Untuk pelapisan karbon pada prekursor LiFePO_4 dilakukan dengan cara mengkalsinasi prekursor pada lingkungan gas inert (N_2) dengan temperatur 500°C , serta menggunakan variasi waktu penahan pada proses kalsinasi selama 8, 10 dan 12 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi struktur, ukuran dan performa baterai dari material katoda LiFePO_4/C .

Sebelum dilakukan proses *ball milling*, penelitian ini diawali dengan proses pemurnian bahan Fe_3O_4 yang berasal dari pasir besi tanah laut Kalimantan Selatan. Pada proses pemurnian ini pasir besi dilakukan pengujian X-Ray Fluorescence (XRF) terlebih dahulu guna mengetahui kandungan unsur-unsur pada serbuk pasir besi. Setelah mengetahui kandungan unsur, maka proses selanjutnya yaitu pemurnian pasir besi dengan cara separasi pasir besi menggunakan magnet permanen. Proses tersebut bertujuan untuk memisahkan kandungan besi dalam pasir besi dari material mineral yang tidak diperlukan. Selanjutnya dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* dalam medium alkohol guna membersihkan pengotor yang masih menempel pada permukaan serbuk besi. Proses tersebut dilakukan sebanyak 10 kali selama 1 jam hingga diperoleh serbuk pasir besi berwarna hitam. Setelah proses tersebut, pasir besi diuji kembali menggunakan X-Ray-Fluorescence (XRF) untuk mengetahui unsur

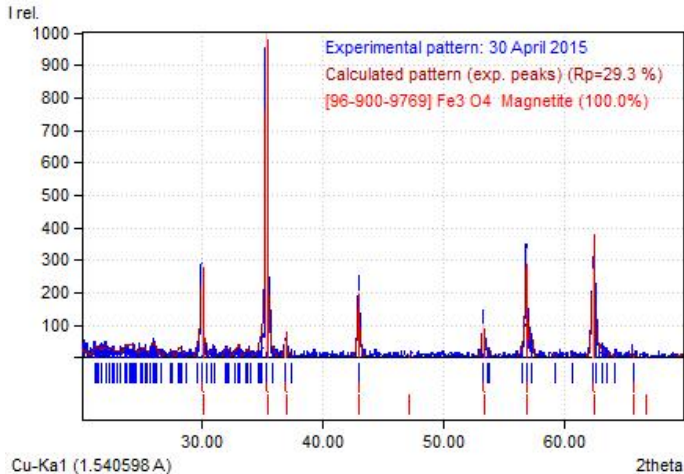
apa saja yang hilang. Berikut ini merupakan hasil XRF sebelum dan sesudah dilakukan proses pemurnian :

Tabel 4.1 Identifikasi unsur dari pasir besi sebelum dan sesudah proses pemurnian

Unsur	Sebelum pencucian (wt%)	Setelah Pencucian (wt%)
Fe	92,16	98,51
Al	3	-
Si	2,2	0,3
Ni	0,59	0,59
Br	0,46	-
Cu	0,33	0,15
Os	0,2	-
Mn	0,19	0,19
Ca	0,16	0,14
P	0,1	0,1
Cr	0,09	0,093
Zn	0,06	-
La	0,04	0,07
Re	0,04	-
Yb	-	0,03

Fasa yang dibutuhkan dalam sintesis material katoda LiFePO_4 adalah magnetite (Fe_3O_4) yang didapat dari hasil pemurnian pasir besi. Dalam pasir besi mineral-mineral yang terkandung yaitu magnetit (Fe_3O_4), alfa hematit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) dan maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) (Royidah, 2013). Untuk mengidentifikasi fasa tersebut maka pasir besi hasil pemurnian dilakukan pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD). Dari hasil pengujian XRD tersebut dilakukan analisa menggunakan *software Match* untuk mengetahui fasa pada pasir besi hasil pemurnian. Berdasarkan

hasil analisa menggunakan *software Match*, fasa megnetit (Fe_3O_4) terlihat dominan dan sesuai dengan database. Berikut hasil analisa uji XRD pasir besi menggunakan *Match2* :



Gambar 4.1 Analisa hasil difraksi sinar-X pasir besi dengan menggunakan *Software Match2*!

Setelah didapatkan Fe_3O_4 murni, tahap selanjutnya dilakukan proses pencampuran bahan dengan menggunakan metode *solid state reaction* melalui proses *milling* antara serbuk Fe_3O_4 , Li_2CO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Proses tersebut dilakukan untuk mereduksi ukuran partikel serbuk dengan memberikan beban yang berulang pada serbuk diantara bola bola dengan kecepatan tinggi. Proses Milling dipengaruhi oleh *ball to powder ratio* (BPR), jenis bola yang digunakan (lebih keras daripada serbuk), media wet *milling* atau *dry milling* dan kecepatan milling.

Pada penelitian ini, proses *ball mill* dilakukan dengan kecepatan 300 rpm agar *milling* terjadi secara efektif maka digunakan kecepatan kritis dimana kecepatan tersebut disesuaikan dengan diameter bowl. Jika kecepatan *ball mill* lebih rendah dibandingkan dengan kecepatan kritis, maka bola-bola yang menyebabkan terjadinya *milling* tidak akan maksimal. Sedangkan

jika kecepatan kritis yang lebih besar menyebabkan bola berputar sesuai gaya sentrifugalnya. Oleh karena itu, hanya pada kecepatan kritis yang dapat menyebabkan terjadinya gesekan dan tumbukan pada serbuk.

Jenis bola yang digunakan pada proses *milling* adalah bola zirkonia yang berfungsi untuk memberikan beban yang berulang saat proses *milling*. Pemberian beban yang berulang menyebabkan material mengalami deformasi plastis sehingga terjadi reduksi ukuran partikel. Bola zirkonia memiliki densitas tinggi yaitu $5,7 \text{ gr/cm}^3$ dimana nilai tersebut diatas densitas *lithium ferro phosphate* (LFP) $3,6 \text{ gr/cm}^3$ sehingga pada proses *milling* bola zirkonia tidak akan ikut tergerus dalam material. Untuk mengoptimalkan terjadinya proses reduksi ukuran partikel pada proses *milling* maka perbandingan massa serbuk terhadap bola (*ball to powder ratio*) yang digunakan pada proses *milling* yaitu 1: 5 dimana nilai tersebut diatas nilai perbandingan idealnya yaitu 1:4 (Basu, 2011)

Pada proses *Milling* dilakukan dengan cara *wet milling*, dimana dalam prosesnya menggunakan media pencampur. Pada penelitian ini, proses *milling* menggunakan medium alkohol sebagai media pencampurnya. Penggunaan alkohol dalam proses ini bertujuan untuk mencegah terhamburnya prekursor yang terbentuk saat proses *milling*. Selain itu, untuk mengoptimalkan reduksi ukuran partikel pada proses *milling* maka harus dicapai selama waktu *milling* (24 atau 48 jam), bergantung pada jenis materialnya (Basu, 2011). Namun berdasarkan penelitian sebelumnya Zhang (2010) menunjukkan bahwa material LiFePO_4 memiliki nilai optimum saat dilakukan proses *milling* selama 4 jam, oleh karena itu pada penelitian ini menggunakan proses *milling* dengan kecepatan 300 rpm selama 4 jam.

Setelah diperoleh material prekursor LiFePO_4 hasil *ball mill*, prekursor LiFePO_4 disatukan asam sitrat sebagai sumber karbon konduktif pada proses kalsinasi. Proses kalsinasi merupakan proses perlakuan panas yang bertujuan untuk dekomposisi termal, transisi fasa dan penghapusan fraksi volatile,

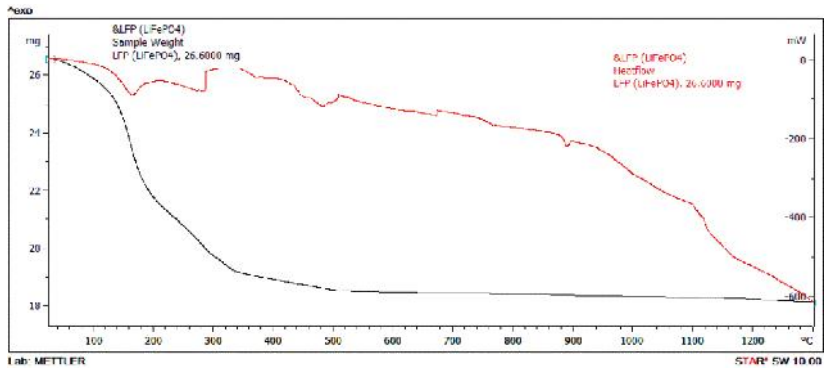
serta berfungsi untuk mengeliminasi senyawa yang berikatan secara kimia (Husni, 2010). Temperatur kalsinasi ditentukan berdasarkan hasil pengujian DTA-TG. Hasil pengujian tersebut akan memberikan informasi mengenai terjadinya pengurangan massa pada material terhadap suhu yang mengindikasikan adanya perubahan fasa pada material.

4.2 Analisis Termal pada Prekursor *Lithium Iron Phosphate* (LiFePO₄/C)

Analisa termal dilakukan pada prekursor yang telah disintesis sebelumnya. Analisa termal dilakukan sebagai acuan dalam proses pembentukan fasa partikel LiFePO₄ yang bergantung dari ketepatan temperatur dan lamanya waktu pada proses kalsinasi. Bahan LiFePO₄ merupakan bahan polimorf yang memiliki struktur utama yaitu Olivine dan Nasicon. Fasa yang diinginkan pada penelitian ini adalah olivine dikarenakan fasa tersebut memiliki kerapatan ion Li paling tinggi dibanding dengan struktur lainnya (Efhana, 2014).

Untuk mengetahui ketepatan temperatur kalsinasi pada pembentukan fasa partikel LiFePO₄, maka pada penelitian ini prekursor LiFePO₄ yang berupa serbuk dianalisis menggunakan *Differential Thermal Analysis/ Thermogravimetry* (DTA- TG). Pada pengujian tersebut, selain mendapatkan temperatur kalsinasi yang tepat juga dapat mengetahui pengaruh perubahan temperatur terhadap fenomena fisis seperti terjadinya perubahan fasa yang terjadi pada material baik berdasarkan sifat termodinamikanya maupun dekomposisi massa yang terjadi.

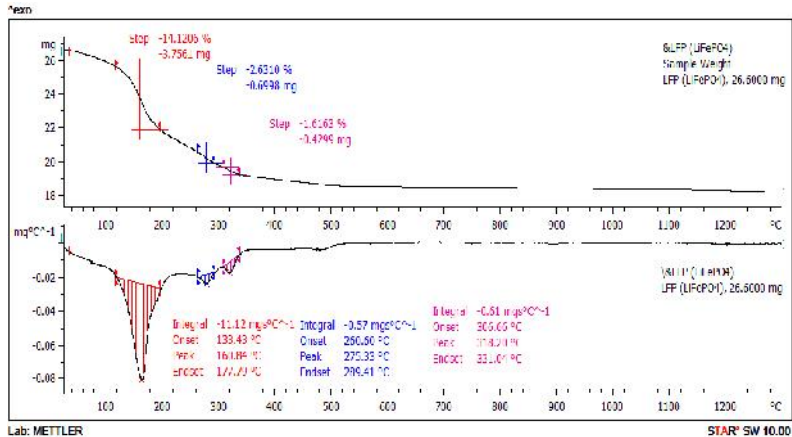
Pada pengujian DTA-TG didapatkan grafik perlakuan panas pada prekursor LiFePO₄ yang ditunjukkan pada Gambar 4.2, dimana pada grafik tersebut grafik berwarna merah merupakan grafik DTA yang menjelaskan tentang adanya reaksi kimia yang terjadi terhadap aliran panas yang diberikan serta kaitannya dengan reaksi eksoterm dan endoterm. Sedangkan grafik berwarna hitam merupakan grafik TG yang menjelaskan adanya dekomposisi massa terhadap temperatur yang diberikan.



Gambar 4.2 Grafik DTA-TG prekursor *lithium iron phosphate* (LiFePO_4).

Dari gambar diatas dapat diketahui bahwa pada grafik DTA menunjukkan adanya reaksi kimia pada sampel ketika temperatur meningkat. Reaksi tersebut ditunjukkan dengan adanya bentuk puncak yang mengindikasikan terjadinya reaksi endotermik atau eksotermik. Pada kurva DTA terdapat ruas suhu yang menunjukkan puncak endotermik yaitu pada suhu 178°C , 288°C , 480°C , 685°C , dan 895°C . Reaksi endotermik merupakan reaksi yang membutuhkan energi dari luar untuk memutus ikatan kimia. Reaksi endotermik ditunjukkan dengan adanya lembah atau puncak yang mengarah ke bawah sedangkan reaksi eksotermik merupakan reaksi yang melepaskan energi oleh sistem menuju level energi terendah untuk membentuk fasa yang stabil. Reaksi tersebut ditunjukkan dengan adanya puncak yang mengarah ke atas. Pada rentang suhu 390°C sampai 500°C terdapat puncak eksotermik yang diindikasikan terbentuknya fasa LiFePO_4 yang stabil namun berdasarkan kurva TG pada suhu 390°C masih menunjukkan pengurangan massa yang signifikan sehingga pada suhu 390°C belum terbentuk fasa LiFePO_4 . Fasa LiFePO_4 akan terbentuk mulai pada suhu 500°C dan pada suhu tersebut kurva TG menunjukkan tidak terjadi pengurangan massa kembali. Kurva TG menunjukkan adanya perubahan massa yang

terjadi pada material terhadap temperatur yang diberikan. Untuk mengetahui lebih jelas mengenai kurva adanya dekomposisi massa pada sampel, akan ditunjukkan pada Gambar 4.3 dibawah ini :



Gambar 4.3 Kurva TG prekursor *lithium iron phosphate* (LiFePO₄).

Berdasarkan kurva TG, terlihat adanya tiga ruas suhu yang mengindikasikan terjadinya tiga kali penurunan massa akibat pemanasan yang terjadi yaitu pada temperatur 133-178°C, 261-289°C, 307 - 334°C. Pengurangan massa pada ruas suhu pertama yaitu pada rentang temperatur 133-178°C sebesar 14,1206% dengan kecepatan pengurangan massa sebesar 3,7561mgs/°C. Pengurangan massa tersebut disebabkan karena menguapnya molekul air yang secara alami diserap oleh serbuk prekursor LiFePO₄. Selanjutnya, pada temperatur 261- 289°C terjadi pengurangan massa sebesar 2,6310% dengan kecepatan pengurangan massa sebesar 0,6998 mgs/°C. Pada suhu 307 - 334°C pengurangan massa yang terjadi sebesar 1,6163% dengan kecepatan pengurangan massa yaitu 0,4299 mgs/°C . Kedua pengurangan tersebut disebabkan adanya penguapan CO₂ dan NH₃. Kemudian berdasarkan kurva TG pada suhu >500°C tidak terjadi penurunan massa dan memiliki kurva yang lebih stabil

sehingga dapat diindikasikan bahwa pada suhu $>500^{\circ}\text{C}$ tidak terjadi perubahan fasa lagi dan akan terbentuk fasa LiFePO_4 . Oleh karena itu, pada penelitian ini temperatur kalsinasi yang dipilih untuk proses kalsinasi prekursor LiFePO_4 yaitu 500°C . Sebagaimana telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya, yaitu Intan (2015) bahwa pada temperatur kalsinasi 500°C menghasilkan fasa olivine paling banyak. Untuk meningkatkan fasa olivine LiFePO_4 , maka dapat ditingkatkan dengan memperpanjang waktu penahanan kalsinasi. Sehingga, pada penelitian ini digunakan variasi waktu penahanan kalsinasi selama 8, 10 dan 12 jam.



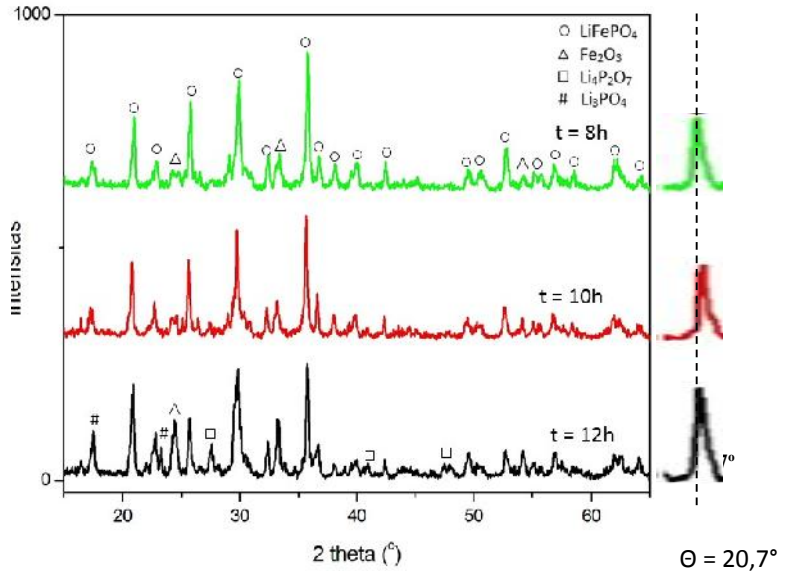
Gambar 4.4 Serbuk LiFePO_4 hasil proses kalsinasi 500°C dengan variasi waktu penahanan a) 8 jam, b) 10 jam dan c) 12 jam

Berdasarkan gambar diatas terlihat adanya perubahan warna yang lebih gelap pada serbuk LiFePO_4 8 jam menuju 10 jam. Sedangkan pada serbuk LiFePO_4 12 jam terlihat warna serbuk lebih cerah, hal tersebut mengindikasikan adanya perubahan fasa pada material LiFePO_4 yang terjadi seiring dengan lamanya waktu kalsinasi. Untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk pada material LiFePO_4 maka diperlukan analisis fasa partikel menggunakan uji *X-Ray Diffraction* (XRD).

4.3 Analisis Fasa berdasarkan Pola Difraksi Sinar-X

Untuk mengidentifikasi fasa yang terdapat pada serbuk LiFePO_4/C setelah proses kalsinasi maka dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Untuk memperoleh puncak difraksi maka material tersebut diidentifikasi pada jangkauan sudut 15° - 65° . Setelah didapatkan data hasil uji XRD,

perlu dilakukan analisa menggunakan *software Match* untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk pada material LiFePO_4 setelah proses kalsinasi. Pada Gambar 4.5. ditunjukkan analisa fasa yang terbentuk pada proses kalsinasi 500°C selama 8, 10 dan 12 jam.



Gambar 4.5 Pola difraksi sinar X pada berbagai waktu penahanan kalsinasi

Dari pola hasil difraksi sinar-x untuk masing-masing sampel dengan perbedaan waktu penahanan kalsinasi terlihat bahwa puncak dan sudut difraksi yang dihasilkan hampir sama. Perbedaan yang sangat terlihat terletak pada intensitas fasa pada masing masing sampel, dimana intensitas fasa menunjukkan jumlah fasa pada sampel. Berdasarkan analisa *software Match*, sampel memiliki fasa dominan yakni LiFePO_4 triphylite yang sesuai dengan database PDF LiFePO_4 (PDF nomor 96-210-0917). Triphylite merupakan nama mineral yang termasuk dalam keluarga fasa olivine, yang memiliki kerapatan ion lebih tinggi.

Fasa tersebut memiliki struktur kristal *olivine* dengan sistem kristal orthorombic dan *space group* Pnma (62).

Pada gambar pola difraksi XRD diatas menunjukkan semua sampel memiliki puncak fasa LiFePO_4 yang tajam, hal tersebut mengindikasikan bahwa semua sampel memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi. Selain itu, berdasarkan pola difraksi (seperti pada puncak $2\theta = 20,7^\circ$) menunjukkan bahwa semakin lama waktu penahanan yang diberikan pada proses kalsinasi maka pola difraksi yang dihasilkan memiliki intensitas yang lebih tinggi dan memiliki lebar kristal yang lebih sempit. Hal tersebut dikarenakan adanya pertumbuhan butir yang semakin meningkat seiring dengan meningkatkan waktu penahan. Selain itu, intensitas kristalinitas yang lebih tinggi menunjukkan adanya keteraturan bidang kristal yang memiliki orientasi bidang yang sama meningkat pada sudut-sudut tertentu sehingga *count* atau cacahan yang terdeteksi oleh detektor pada peralatan XRD semakin bertambah pada sudut – sudut tertentu.

Pada penelitian ini, belum mendapatkan fasa tunggal melainkan masih terdapat fasa pengotor yakni fasa alfa hematite ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) pada sampel LiFePO_4 8 dan 10 jam. Fasa alfa hematite ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) merupakan fasa stabil dari besi (III) oksida yang berasal dari fasa magnetite (Fe_3O_4) pada pasir besi. Semakin tinggi energi termal yang diberikan saat proses pemanasan Fe_3O_4 , maka atom atom akan begetar dan semakin cepat menyusun dirinya kembali menuju keadaan stabilnya. Transformasi fasa dari magnetit menjadi alfa hematit terjadi mulai pada temperatur kurang dari 300°C sampai temperatur tinggi. Pembentukan fasa ini akan semakin cepat pada temperatur lebih dari 520°C yaitu 70-90% sampel menjadi fasa alfa hematit dalam waktu 60 menit (Sidhu, 1998). Perubahan fasa ini dimulai ketika Fe^{2+} dalam magnetit dipanaskan sampai titik kritisnya ($311,85^\circ\text{C}$) maka Fe^{2+} yang lebih tidak stabil daripada Fe^{3+} mengalami oksidasi menjadi Fe^{3+} dan berdifusi sehingga terbentuk Fe_2O_3 . Selain itu fasa ini dimungkinkan terjadi akibat adanya proses oksidasi yang terjadi

antara gas O_2 yang mungkin masuk dalam tube furnice dengan Fe.

Sedangkan pada sampel $LiFePO_4$ 12 jam, muncul fasa baru seperti $Li_4P_2O_7$ dan Li_3PO_4 . Fenomena munculnya fasa tersebut sama dengan munculnya fasa Fe_2O_3 . Dimana pada penelitian ini gas inert yang digunakan berupa gas N_2 teknis yang masih terdapat gas pengotor lain, salah satunya oksigen. Hal tersebut menyebabkan terjadinya proses oksidasi antara gas O_2 dengan Fe sehingga ion Fe pada $LiFePO_4$ yang tidak stabil berubah menjadi O-based dan muncul fasa Li_3PO_4 . Fasa $Li_4P_2O_7$ dan Li_3PO_4 merupakan fasa yang tidak diinginkan pada penelitian ini karena fasa tersebut merupakan fasa metastabil yang cenderung bertransformasi fasa.

Secara kuantitatif untuk mengetahui komposisi fasa relatif $LiFePO_4$ maka dilakukan dengan metode penghalusan (*refinement*) Rietveld menggunakan *software* Rietica. Dari hasil analisa menggunakan *software* Rietica diketahui pada serbuk yang dikalsinasi pada temperatur $500^\circ C$ selama 8 dan 10 jam terkandung 2 fasa antara lain $LiFePO_4$ dan $-Fe_2O_3$. Sedangkan pada serbuk yang dikalsinasi selama 12 jam terkandung 4 fasa yakni $LiFePO_4$, $-Fe_2O_3$, $Li_4P_2O_7$ dan Li_3PO_4 . Prosentase masing-masing fasa yang terkandung dalam serbuk dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Prosentase komposisi fasa relatif $LiFePO_4$ dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi

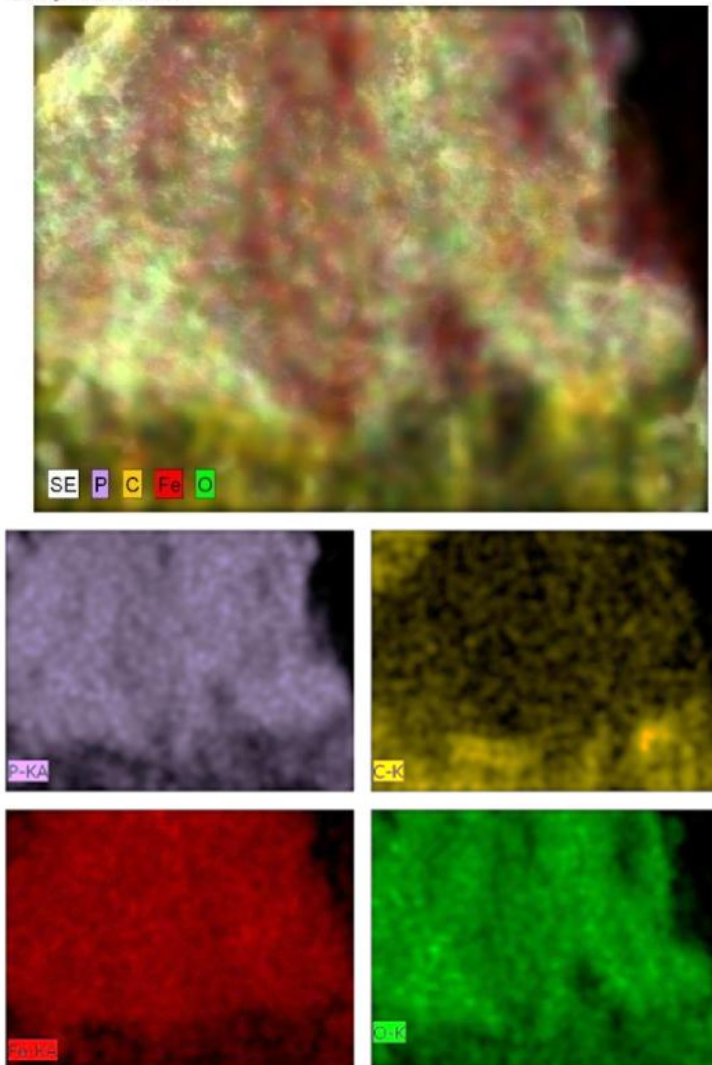
No	t (jam)	Komposisi Fasa (%)				GoF
		$LiFePO_4$ (96-210-0917)	Fe_2O_3 (96-591-0083)	$Li_4P_2O_7$ (96-200-5921)	Li_3PO_4 (96-901-2205)	
1	8	85,70	14,30	-	-	2,543
2	10	88,14	11,86	-	-	2,458
3	12	51,58	15,54	26,28	6,60	2,646

Berdasarkan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa hasil analisis *refinement* pada semua sampel yang dilakukan memiliki nilai GoF (*Good of Fitness*) <4% sehingga dapat dinyatakan bahwa analisis tersebut *acceptable* dan menghasilkan prosentase komposisi fasa LiFePO_4 paling banyak dengan prosesntase 90,8% dan fasa $-\text{Fe}_2\text{O}_3$ sebagai fasa impurits sebesar 9,2%.

4.4 Analisis Morfologi dan Ukuran Partikel

Material katoda LiFePO_4/C merupakan material komposit dimana karbon yang diberikan berfungsi sebagai *filler* atau penguat. Selain berfungsi sebagai *filler*, karbon juga berperan dalam meningkatkan konduktifitas elektronik, mereduksi ukuran partikel dengan cara menghambat pertumbuhan partikel selama proses pemanasan serta dapat bertindak sebagai agen pereduksi untuk menekan oksidasi dari Fe^{2+} menuju Fe^{3+} selama proses sintering dan dengan demikian dapat memudahkan kebutuhan atmosfer selama sintesis (Zhang, 2011). Oleh karena pentingnya penambahan karbon dalam material komposit LiFePO_4 , maka dalam penelitian ini perlu dilakukan pengujian struktur mikrografi yang didukung dengan adanya SEM/EDX (*Scanning Electro Microscope – Energy Dispersive X-Ray*) untuk mengetahui persebaran unsur karbon pada *filler* LFP. Hasil dari pengujian tersebut akan didapatkan unsur pembentuk dari LiFePO_4/C serta persebaran komposisi penyusunnya yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. berikut.

calibration image 21 2361 Date: 5/29/2015 3:25:00 PM Image size: 384 x
288 Mag: 1400mV: 20.0kV

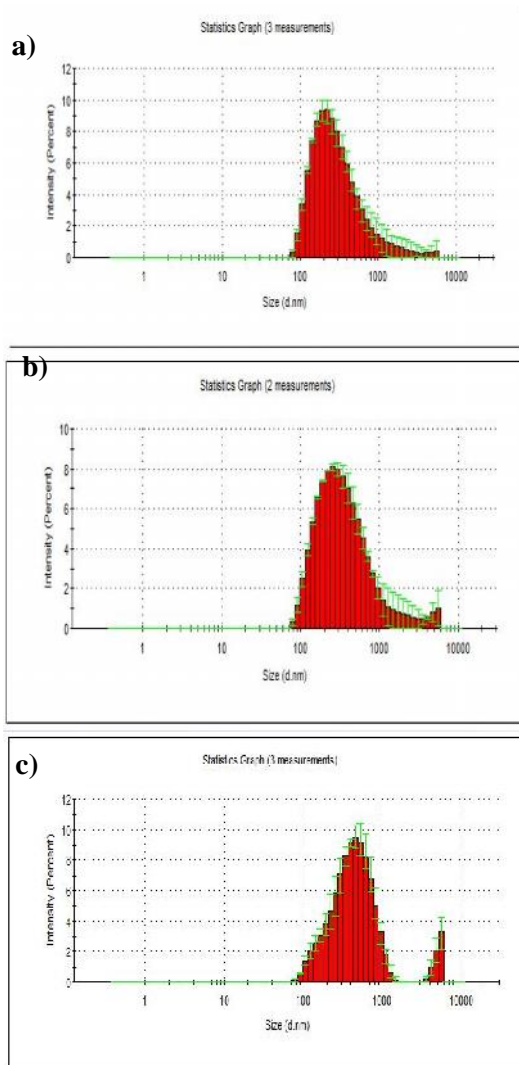


Gambar 4.6 Persebaran komposisi penyusun $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{10\text{h}}$ menggunakan SEM/EDX dengan pembesaran 1400 kali

Berdasarkan Gambar 4.6. terlihat bahwa persebaran penyusun dari komposisi partikel LiFePO_4/C terdiri dari unsur Fe, P, O dan C sedangkan Li tidak dapat terdeteksi oleh SEM/EDX. Namun berdasarkan gambar diatas menunjukkan bahwa persebaran komposisi unsur C terlihat kurang merata. Hal tersebut diindikasikan akibat pada proses pelapisan karbon yang kurang merata sehingga dimungkinkan akan berpengaruh terhadap nilai konduktifitas elektron, ukuran partikel, serta fasa impuritas yang dihasilkan.

Selain itu, mengingat dalam penelitian ini menggunakan variasi waktu penahanan proses kalsinasi pada temperatur yang tinggi, maka pada penelitian ini perlu dilakukan perbandingan ukuran dan distribusi partikel LiFePO_4 dengan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA). Perbandingan ukuran dan distribusi partikel dilakukan untuk mencari ukuran partikel serbuk hasil proses kalsinasi yang efisien dalam meningkatkan performa baterai.

Identifikasi ukuran partikel serbuk dilakukan dengan menggerus serbuk hasil proses kalsinasi kemudian diaduk dan dilarutkan pada media aquades hingga menjadi larutan yang bersifat koloid. Setelah itu, dilakukan pengujian menggunakan PSA. Pengujian tersebut dilakukan selama tiga kali untuk setiap sampel. Distribusi ukuran rata-rata partikel dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Distribusi ukuran rata-rata partikel pada serbuk LiFePO_4 dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi selama a) 8 jam, b) 10 jam, dan c) 12 jam

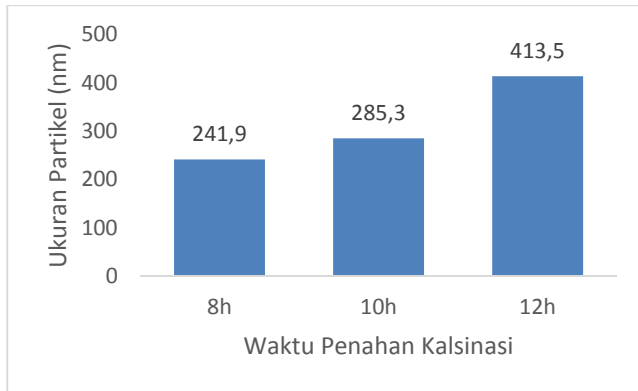
Berdasarkan gambar diatas, dapat diketahui bahwa semakin lama waktu penahan yang diberikan pada proses kalsinasi, maka semakin lebar grafik yang dihasilkan. Hal tersebut mengindikasikan semakin tidak homogennya ukuran partikel pada serbuk. Berdasarkan Tabel 4.3 juga menunjukkan bahwa pada sampel LFP/C_8h memiliki rentang ukuran partikel yang hampir sama, sehingga didapatkan grafik dengan lebar yang lebih sempit jika dibandingkan dengan sampel LFP/C_12h yang memiliki rentang ukuran partikel yang cukup jauh. Sehingga berdasarkan hasil uji PSA, sampel LFP/C_8h memiliki distribusi ukuran partikel yang lebih homogen dari sampel LFP/C_10h dan 12h.

Hasil analisa ukuran rata-rata partikel serbuk LiFePO_4 dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.3. Pada tabel terlihat bahwa ukuran rata-rata partikel dengan waktu penahan proses kalsinasi selama 8,10 dan 12 jam secara berturut- turut mengalami peningkatan yaitu 241,9 nm ; 285 nm ; dan 544,9 nm.

Tabel 4.3. Distribusi ukuran rata-rata partikel serbuk LiFePO_4

Sampel	d1 (nm)	d2 (nm)	d3 (nm)	d.rata-rata (nm)
LFP/C _ 8h	238	243,7	244	241,9
LFP/C _ 10h	279,6	290,9	299,1	285,3
LFP/C _ 12h	397,6	437,1	405,9	413,5

Ukuran partikel yang mengalami peningkatan seiring dengan lamanya waktu penahan proses kalsinasi terjadi karena adanya pertumbuhan butir. Lamanya waktu penahan proses kalsinasi akan mempengaruhi difusi antar partikel. Proses tersebut akan mereduksi porositas partikel melalui transfer massa dari serbuk ke daerah porositas melalui difusi kisi sehingga terjadi pertumbuhan butir.



Gambar 4.8 Grafik hubungan antara variasi waktu penahan proses kalsinasi dengan ukuran partikel hasil pengujian PSA.

4.5 Analisa Performa Baterai

Material katoda hasil proses kalsinasi dihaluskan dengan cara digerus dalam mortar lalu serbuk dicampur dengan bahan PVDF dan acytelene black dengan perbandingan massa 80:10:10 dalam pelarut DMAC hingga terbentuk campuran yang homogen (*slurry*) dengan serbuk katoda sebagai material aktifnya. Kemudian *slurry* dilapiskan pada *current collector* berupa kawat grid dari bahan *nickel* yang berbentuk lingkaran dengan ukuran yang sesuai dengan *sample holder* yang digunakan. Lalu dikeringkan menggunakan *oven* pada suhu 60°C selama 24 jam hingga lembaran katoda siap dipreparasi pada sel baterai.

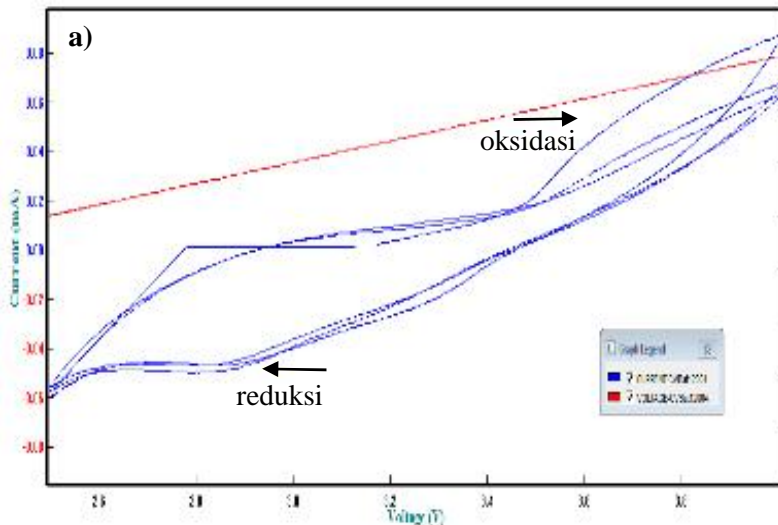
Sebelum dilakukan proses aktivasi pada sel baterai, lembaran katoda dikompaksi terlebih dahulu menggunakan alat *hand press hydrolic* dengan tekanan 500 Psi dan ditahan selama 5 menit. Lapisan permukaan lembaran katoda sangat mempengaruhi kualitas performa baterai. Lapisan permukaan lembaran katoda yang kasar atau memiliki retakan akan membuat mudah lepasnya lapisan katoda dari *current collector* saat kering sehingga akan memperburuk performa baterai. Aktivasi sel baterai dilakukan didalam *glove box* dengan menggunakan katoda yang telah apkan, *lithium metal* sebagai anoda, PEPP

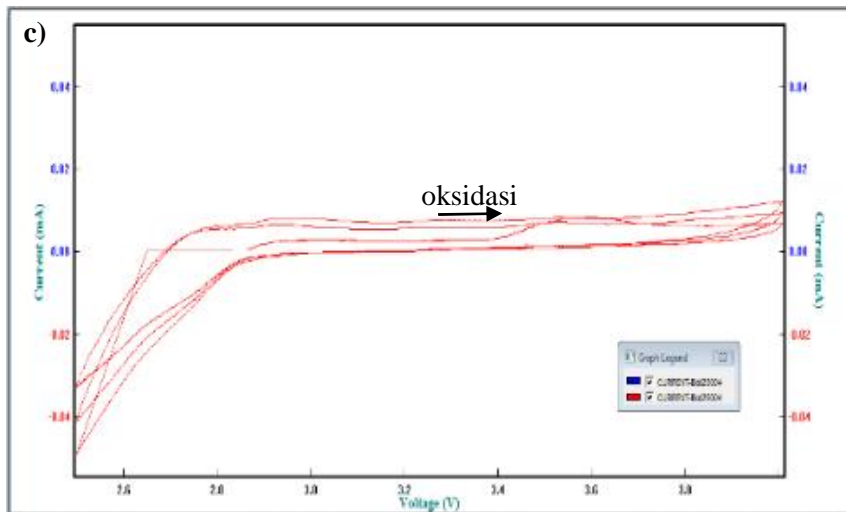
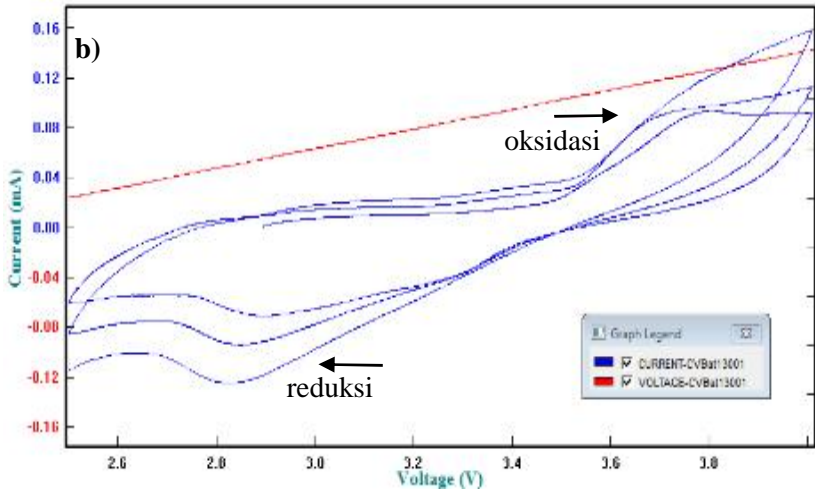
(Polyethylene Polypropilene) sebagai separator dan LiPF_6 (lithium hexafluorophospat) sebagai elektrolit.

4.5.1 Analisa Cyclic Voltammetry

Cyclic voltammetry (CV) merupakan metode yang mempresentasikan adanya proses elektrokimia pada baterai saat pengisian dan pemakaian (*charging/discharging*). Kurva CV terdiri dari dua puncak yaitu puncak oksidasi pada daerah arus positif dan puncak reduksi pada daerah arus negatif. Puncak oksidasi dan reduksi tersebut mengindikasikan adanya perpindahan ion lithium dari katoda ke anoda dan sebaliknya.

Pada Gambar 4.9 dihasilkan pengujian CV pada katoda LiFePO_4/C dimana pada kurva tersebut terdapat puncak oksidasi dan reduksi. Peristiwa oksidasi dan reduksi pada material katoda LiFePO_4/C umumnya terjadi pada elemen-elemen Fe, dimana terjadi peningkatan bilangan oksidasi dari Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} yang diikuti deinterkalasi ion-ion lithium dari katoda ke anoda dan sebaliknya terjadi penurunan bilangan oksidasi dari Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} yang diikuti interkalasi ion lithium dari anoda ke katoda.





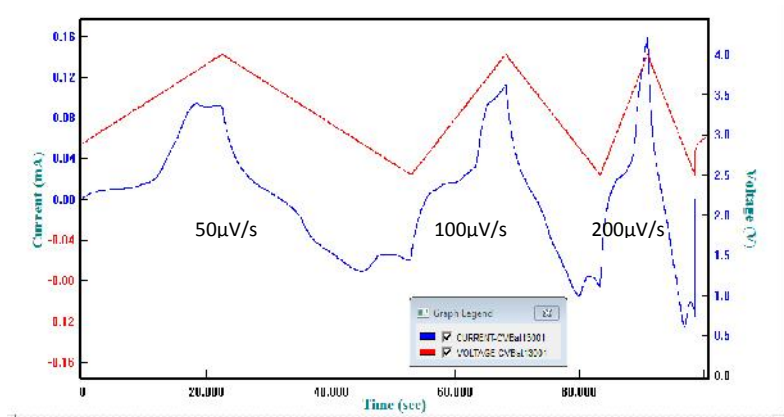
Gambar 4.9 Kurva CV elektroda LiFePO_4 dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi selama a) 8 jam, b) 10 jam, dan c) 12 jam

Pada umumnya, bahan katoda yang terbuat dari bahan proanalisis memiliki nilai rentang potensial yang kecil dan puncak redoks yang tinggi. Sehingga akan didapatkan sifat elektrokimia baterai ion litium dengan *reversibility* dari reaksi elektroda yang tinggi dan polarisasi yang lebih kecil (Huang, 2010). Pada penelitian ini, semua proses pada katoda LFP/C dibuat sama, baik konsentrasi maupun mekanisme pada *ball milling* yang dibedakan hanya waktu penahanan yang diberikan pada proses kalsinasi yaitu selama 8h, 10h dan 12h. Berdasarkan kurva CV diatas memperlihatkan bahwa material katoda LFP/C_10h memiliki rentang potensial yang lebih pendek dan puncak redoks yang lebih tinggi dibandingkan material katoda LFP/C_8h dan 12h. Dimana nilai rentang potensial puncak antara puncak oksidasi dan reduksi untuk sampel LFP/C_10h sebesar 0,92V, sampel LFP/C_8h dan 12h sebesar >1V. Nilai rentang potensial puncak yang lebih kecil menunjukkan bahwa reaksi redoks yang terjadi berlangsung cepat (*reversibility* tinggi). Selain itu, pada material katoda LFP/C_10h memiliki puncak redoks yang lebih tinggi dibanding dengan material katoda LFP/C_8h dan 12h. Hal tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.4. yang menunjukkan arus *charging/ discharging* yang dihasilkan. Bila diidentifikasi, fasa-fasa yang terbentuk pada material katoda LFP/C_10h memiliki kandungan fasa olivine yang lebih banyak yaitu sebesar 88,14% bila dibandingkan dengan material katoda LiFePO₄/C_8h dan 12h yang memiliki kandungan fasa olivine 85,7% dan 51,58%. Berdasarkan hasil pengamatan XRD, fasa olivine yang terbentuk pada material katoda secara struktur kristalografi memiliki kerapatan ion Li yang lebih tinggi dibanding fasa lainnya. Sehingga dimungkinkan pada material katoda dengan waktu penahan proses kalsinasi selama 10 jam, ion Li yang mengalami interkalasi lebih banyak dan menghasilkan puncak redoks yang lebih tajam.

Tabel 4.4. Arus *discharging* elektroda LiFePO_4 dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 8,10 dan 12 jam

No	material	arus discharging (mA)
1	LFP/C_8h	-0,048
2	LFP/C_10h	-0,09
3	LFP/C_12h	-0,002

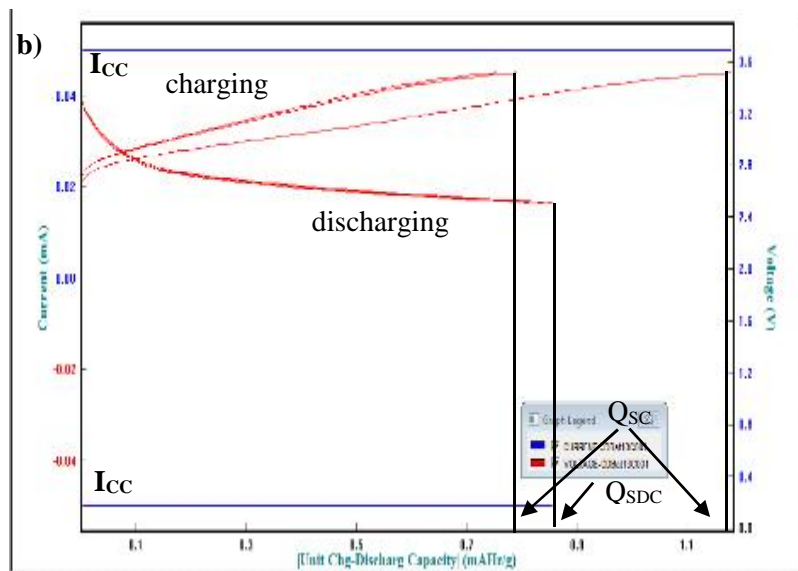
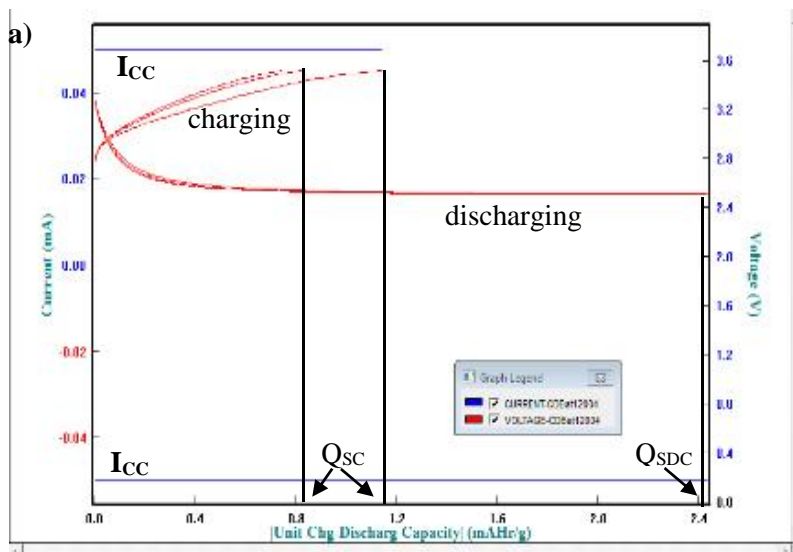
Pada penelitian ini, setiap sampel material katoda dilakukan pengujian CV dengan variasi *scanrate* yang berbeda yaitu pada *scanrate* $50\mu\text{V/s}$, $100\mu\text{V/s}$ dan $200\mu\text{V/s}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.10. *Scanrate* atau *rate capability* merupakan parameter yang digunakan untuk menilai performa elektroda baterai dengan menggambarkan kecepatan sel baterai saat *charge* dan *discharge*. Pada kurva CV yang dihasilkan menunjukkan bahwa kecepatan sel baterai saat *charging* *discharging*, peristiwa redoks yang terjadi berlangsung lebih cepat seiring dengan meningkatnya tegangan *scanrate* yang diberikan. Hal tersebut mengindikasikan bahwa sifat elektrokimia dikontrol oleh tingkat difusi ion. Dimana dengan pemberian *scanrate* yang lebih kecil pada sel baterai akan memperlambat proses difusi ion sehingga akan memudahkan pengamatan untuk menentukan puncak redoks.

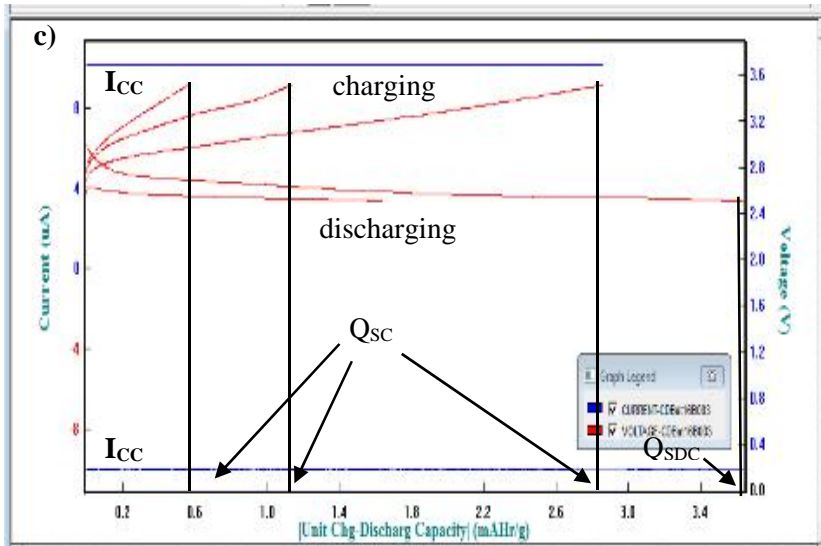


Gambar 4.10 Kurva CV elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{10\text{jam}}$ terhadap waktu pada beberapa *scanrate* atau tegangan yang diberikan

4.5.2 Analisa *Charging Discharging Test*

Pengujian *charging discharging test* (CD) pada material katoda baterai ion Litium bertujuan untuk mengetahui kapasitas spesifik *discharging* atau kemampuan termuati muatan pada material katoda. Pada umumnya, pengujian CD dilakukan minimal sebanyak tiga sampai lima cycle (siklus) guna mengetahui sifat *reversibility* sel baterai dalam menghasilkan kapasitas dalam beberapa siklus (*cycle*). Pada pengukuran kapasitas pemuatan ini, semua sampel material katoda diberikan arus konstan sebesar $50\mu\text{A}$ hingga mencapai tegangan *cut off* nya yakni pada proses *charging* hingga 3,5V dan pada proses *discharging* hingga 2,5V. Dengan demikian akan didapatkan kapasitas *charging* dan *discharging* material katoda LiFePO_4/C yang ditunjukkan pada Gambar 4.11.





Gambar 4.11 Kurva *Charge Discharge* elektroda LiFePO_4 dengan variasi waktu penahan proses kalsinasi selama a) 8 jam, b) 10 jam, dan c) 12 jam

Pada baterai ion litium terdapat mekanisme *charging* dan *discharging*, dimana selama proses *charging* pada katoda terjadi peningkatan bilangan oksidasi dan diikuti deinterkalasi ion litium. Hal ini ditunjukkan pada kurva CD yang mengarah ke gradien positif. Pada proses pengukuran tersebut, ion litium akan berdeinterkalasi akibat diberikannya arus konstan sebesar $50 \mu\text{A}$ dari tegangan *open circuit voltage* (OCV) untuk sel baterai $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{8\text{h},10\text{h},12\text{h}}$ secara berturut-turut sebesar 3,35V; 3,3V dan 2,65V hingga mencapai tegangan cut off nya yaitu pada tegangan 3,5. Sedangkan pada proses *discharging* di anoda terjadi penurunan bilangan oksidasi dan diikuti adanya interkalasi ion litium dari anoda ke katoda. Hal ini ditunjukkan pada kurva CD yang mengarah ke gradien negatif. Pada proses pengukuran tersebut, ion litium berinterkalasi dari anoda ke katoda akibat diberikannya arus konstan sebesar $-50\mu\text{A}$ dari tegangan OCV

hingga tegangan *cut off* nya. Hasil pengukuran kapasitas *discharging* ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Kapasitas *discharge* elektroda LiFePO_4 dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 8,10 dan 12 jam

Cycle	Discharge Kapasitiy (mAh/g)		
	LFP/C_8h (CC= 50 μ A)	LFP/C_10h (CC= 50 μ A)	LFP/C_12h (CC= 10 μ A)
1	2,4315	0,851	3,6427
2	2,0872	0,836	1,6345
3	1,8247	0,809	0,000021

Pada penelitian ini, kandungan fasa olivine yang dimiliki material katoda sangat mendukung terhadap sifat performa baterai khususnya dalam proses deinterkalasi/interkalasi. Material katoda merupakan material aktif yang berperan besar sebagai sumber muatan ion Li dimana semakin tinggi kandungan fasa olivine (kandungan ion Li rebih rapat) maka saat *charging*, proses deinterkalasi (pelepasan ion Li dari katoda ke anoda) yang dihasilkan akan semakin tinggi. Sebaliknya saat *discharging*, proses interkalasi (penyusupan ion Li dari anoda ke katoda) yang dihasilkan juga semakin tinggi. Berdasarkan analisa fasa dari data XRD yang didapatkan, material katoda LFP/C_10 memiliki kandungan olivine yang lebih tinggi yaitu sebesar 88,14% dibanding LFP/C_8h sebesar 85,7%. Namun, berdasarkan kurva CD nilai kapasitas *discharging* yang ditunjukkan pada tabel 4.4 menunjukkan bahwa material katoda baterai LFP/C_8h memiliki nilai kapasitas *discharging* yang lebih tinggi dibandingkan LFP/C_10h. Hal tersebut diindikasikan terjadi karena pada material katoda LFP/C_8h memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan memungkinkan memiliki surface area total yang lebih besar sehingga interaksi antar partikel yang dihasilkan lebih baik. Selain itu, distribusi ukuran yang lebih homogen pada material katoda LFP/C_8h membantu dalam pembentukan kanal-kanal dan porositas dalam mempermudah perpindahan ion lithium saat

proses *charging/ discharging* dan meningkatkan performa elemen material katoda baterai. Sedangkan pada material katoda LFP/C_12h dengan lama penahanan pemanasan selama dua belas jam khususnya pada arus $10\mu\text{A}$, kapasitas *discharging* yang dihasilkan lebih tinggi karena arus yang digunakan lebih kecil yaitu $10\mu\text{A}$. Pengurangan arus atau scanrate yang lebih kecil akan memungkinkan pengamatan *charge/discharge* lebih baik namun membutuhkan waktu yang lebih lama. Sehingga perbandingan akan lebih baik, jika semua material katoda diberikan arus yang sama yaitu sebesar $50\mu\text{A}$. Berikut merupakan kurva CD elektroda baterai terhadap waktu:

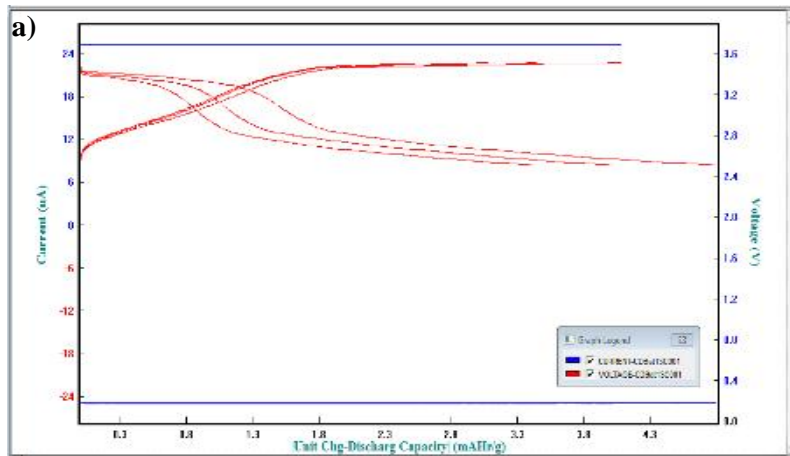
Pada umumnya, kapasitas baterai ion litium yang terbuat dari bahan proanalisis memiliki nilai kapasitas *discharging* diatas 100mAh/g . Faktor utama dari perbedaan tersebut terletak pada bahan yang digunakan berasal dari batuan besi alam, sehingga aspek impuritas dan struktur kristalin material katoda tidak seperti bahan-bahan analisis, tetapi dengan hasil kurva CD yang dihasilkan terlihat adanya potensi bahwa material katoda berbahan dasar dari alam dapat diharapkan dari segi kompetitifnya sebagai bahan dasar baterai ion litium. Berdasarkan analisa kristalin XRD yang dilakukan pada waktu penahanan kalsinasi 10h dan 8h memiliki nilai hampir sama tentang struktur kandungan olivine yaitu sebesar 88,14% dan 85,7%. Hal tersebut memungkinkan untuk dijadikan sebagai material katoda baterai ion litium dengan bahan dasar prekursor Fe dari bahan alam.

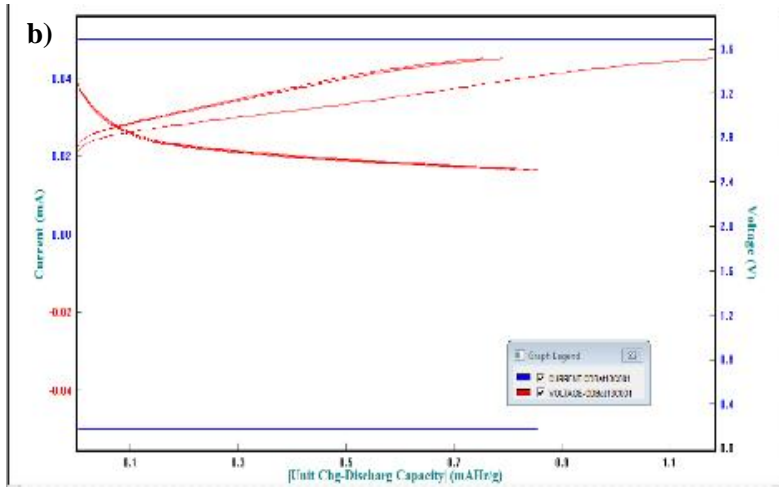
Banyak variabel yang terkait dengan performa baterai disamping jenis struktur kristalnya atau secara kuantitatif seberapa besar fase-fase kristal yang diharapkan terbentuk, aspek lain yang mempengaruhi baterai ion litium adalah interaksi antar partikel-partikel kristalin LiFePO_4/C terhadap binder (pengikat) sehingga pembentuk komposit dispersif yang dilapiskan pada *current collector* berupa aluminium foil merupakan hal yang tidak dapat dikesampingkan. Kehomogenan ukuran partikel dan interaksi antar partikel merupakan hal yang cukup berpengaruh pada material katoda, salah satu upaya untuk meningkatkan

kualitas dari katoda baterai ion litium salah satu teknisnya adalah dengan melihat performa dari nilai *charging* dan *discharging*nya.

Pada penelitian ini, pengujian CD dilakukan sebanyak tiga *cycle* (siklus) guna mengetahui kemampuan isi ulang material katoda dalam menghasilkan kapasitas pada beberapa *cycle*. Namun berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan bahwa kapasitas *discharging* pada *cycle* berikutnya semakin menurun, hal ini mengindikasikan ion Li^+ yang berinterkalasi dan deinterkalasi mengalami jumlah yang terus menurun sehingga ion Li^+ tidak kembali pada host katoda.

Selain itu, dalam penelitian ini juga dilakukan pengujian menggunakan beban atau arus konstan yang berbeda guna mengetahui sifat material katoda dalam menghasilkan kapasitas *discharging*. Pengujian ini dilakukan pada material katoda $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{10\text{h}}$, dimana beban atau arus konstan yang diberikan sebesar $25\mu\text{A}$ dan $50\mu\text{A}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.12.





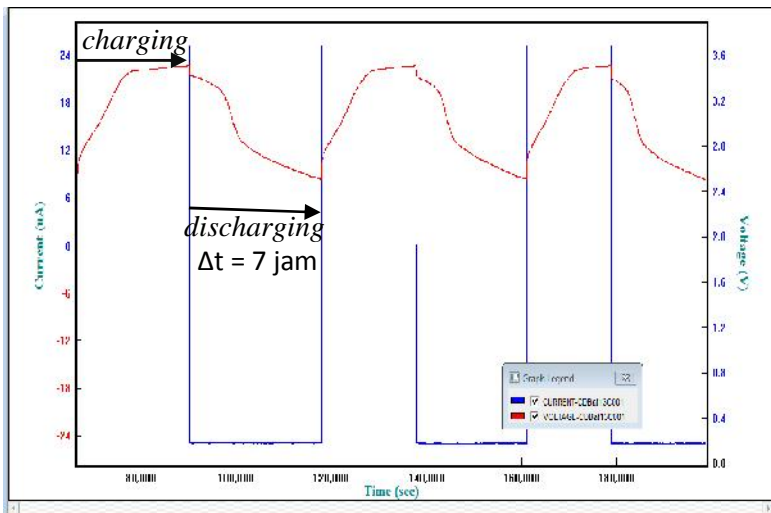
Gambar 4.12 Kurva Charge Discharge elektroda LiFePO_4 10 jam pada scanrate atau constant current a) $25\mu\text{A}$ dan b) $50\mu\text{A}$

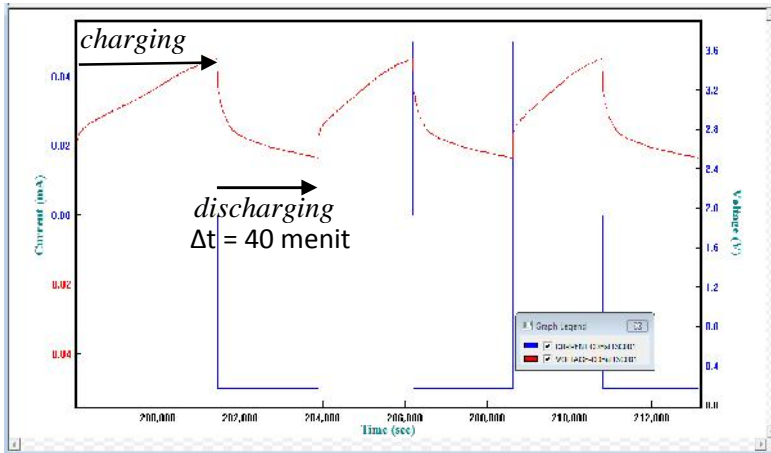
Pada Gambar 4.12 menunjukkan bahwa kapasitas *discharging* yang dihasilkan dengan beban atau arus konstan $25\mu\text{A}$ memiliki nilai yang lebih besar dibanding saat diberikan beban atau arus konstan $50\mu\text{A}$. Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena dengan pemberian beban yang lebih besar akan menyebabkan terjadinya dekomposisi fasa, sehingga interkalasi ion lithium dari anoda ke katoda semakin sedikit dan menghasilkan kapasitas *discharging* yang lebih kecil. Fenomena drastisnya nilai kapasitas *discharging* pada beban yang lebih besar tidak akan terjadi jika struktur fasa yang dimiliki material katoda stabil. Untuk mengetahui detail dari nilai kapasitas *discharging* baterai ion litium $\text{LiFePO}_4/\text{C}_{10\text{h}}$ akan ditunjukkan pada Tabel 4.6 berikut.

Tabel 4.6. Kapasitas *discharge* elektroda LiFePO_4 pada *scanrate* atau *constant current* yang berbeda

Cycle	Discharge Kapasitiy (mAh/g)	
	I = 25 μA	I = 50 μA
1	4,7815	0,851
2	4,0053	0,836
3	3,4086	0,809

Selain itu, kapasitas *discharging* yang dihasilkan dengan pemberian arus konstan yang lebih kecil 50 μA memiliki nilai yang lebih kecil dibanding saat diberikan beban atau arus konstan 25 μA . Hal tersebut dimungkinkan karena dengan pemberian arus atau *scanrate* yang lebih besar akan memungkinkan pengamatan *charge/discharge* lebih sulit namun membutuhkan waktu yang lebih sedikit. Pemberian arus konstan yang terlalu besar akan menyebabkan kesempatan perpindahan ion Litium tidak maksimal akibat adanya polarisasi yang telau cepat. Fenomena tersebut dapat diamati pada Gambar 4. 13.





Gambar 4.13 Kurva *Charge Discharge* elektroda LiFePO₄ terhadap waktu dengan variasi arus konstan a) 25 μ A, b) 50 μ A.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dengan judul “Pengaruh Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Pada Pembuatan Katoda Baterai Ion Litium dengan Menggunakan Batuan Besi Tanah Laut sebagai Sumber Ion Fe” maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, batuan magnetit Tanah Laut, Kalimantan Selatan dengan struktur Fe_3O_4 dapat disintesis menjadi material katoda LiFePO_4/C sebagai bahan dasar ion Fe melalui mekanisme *solid state*.
2. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, pada temperatur kalsinasi 500°C dengan waktu penahan kalsinasi selama 8 dan 10 jam didapatkan fasa *olivine* tertinggi yaitu sebesar 85,7% dan 88,14%.
3. Berdasarkan pengamatan performa baterai yang dihasilkan, komposisi fasa *olivine* berpengaruh terhadap performa baterai yang ditunjukkan pada material katoda LFP/C_8h dan 10h dengan kapasitas *discharging* yang dihasilkan sebesar 2,4315mAh/g dan 4,7815mAh/g.

5.2 Saran

1. Untuk penelitian selanjutnya agar dilakukan pemanasan dua kali yaitu proses kalsinasi dan sinter serta dilakukan pada lingkungan inert untuk mengurangi terjadinya proses oksidasi dan terbentuknya fasa impuritas.
2. Untuk penelitian selanjutnya dilakukan dengan menggunakan variasi ketebalan *slurry* katoda dikarenakan mempengaruhi pada kapasitas *discharging* baterai yang dihasilkan.

3. Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan pengamatan konduktivitas ion (*ion conducting*) dengan menggunakan EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) untuk mengetahui perilaku ion konduktif serta impedansi dari materil katoda LiFePO_4/C .

DAFTAR PUSTAKA

- Basu, B and Balani, K. 2011. **Advanced Structural Ceramic**. Wiley., New York.
- Cornell, RM, dkk (2003). “The Iron Oxide : Structure, Properties, Reactions, Occurences and Uses”. Wiley VCH.
- David Linden, **Handbook of Batteries**, Mc Graw Hill, second edition, 1994
- Efhana, Dessy Putri. 2014.”Pengaruh Variasi Waktu Penahan Proses Kalsinasi terhadap Prekursor Bahan Katoda Litium Ferrophosphate”. Jurusan Fisika ITS: Surabaya
- Huang, Xiaodong Zheng, Dongmei Jia “Design and Synthesis of High Rate Micron Sized, Spherical LiFePO₄/C Composites Containing Clusters of Nano/Microsphere”. **Electrochem.** 55 (2010) 1227- 1231
- Hamid, NorrAshrina. 2013. “**Cathode Materials Produced by Spray Flame Synthesis for Lithium Ion Batteries**”. Genehmigte Dissertation. Malaysia: Kedah
- Intan, Metatia. 2015. “**Karakterisasi Pembentukan Komposit Katoda LFP/C menggunakan Metode Solid State Reaction dengan Variasi**

Temperatur Kalsinasi pada Kondisi Gas Inert". Jurusan Fisika ITS: Surabaya.

Kurnia Sholihah, Lia. 2010. **"Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe_3O_4 yang Berasal dari Pasir Besi dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (Aldrich)". Jurusan Fisika ITS : Surabaya**

Park, M, Zhanga,X., Chunga, M., Less, G,B., Sastry, A.M., 2010. "A review of conduction phenomena in Li-ion batteries", **Journal of Power Sources**. Vol 195 : 7904 - 7929.

Rosyidah, Kurniawati. 2013. **"Sintesis dan Karakterisasi Struktur dan Sifat Magnet dan Sifat Listrik Komposit Barium M-Heksaferit/ Polianilin Berstruktur Core Shell Berbasis Pasir Besi Alam". Jurusan Fisika ITS : Surabaya**

Subhan, Ahmad. 2011. **"Fabrikasi dan Karakterisasi $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ untuk Bahan Anoda Baterai Lithium Keramik". Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia : Depok**

Topracki, O., Topracki, H,A,K., Ji,L., Zhang, X., 2010. "Fabrication and Elektrochemical Characteristic of LiFePO_4 Powders for Lithium-Ion Batteries", **Journal Powder and Particle**, Vol 28 : 311-18.

Triwibowo, 2011. **"Rekayasa Bahan $\text{Li}_x\text{TiMn}_y\text{Fe}_x(\text{PO}_4)_3$ sebagai Katoda Solid Primer Battery (SPB) Lithium". Universitas Indonesia : Depok**

Triwibowo, J.2010.”Perkembangan Rechargeable Lithium Baterai dengan LiFePO_4/C sebagai Material Katoda untuk Transportasi”. **Laporan Penelitian, Program Intensif Ristek 2011**. LIPI : Serpong.

W. M Zhang, J. S Hu, Y. G Guo, S.F Zheng, L.S Zhong, W.G.S, and L.J Wan, *Adv. Mater.* **2008**, 20, 1160–1165

Zhang, Y, Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., 2012. “Advances in New Cathode Material LiFePO_4 for Lithium Ion Batteries”. **Synthetic Metals**. Vol. 162 : 1315 – 1326.

Zhang,Wei-Jun.“Structure and Performance of LiFePO_4 cathode materials:A review”. **Journal of Power Source** 196 (2011) 2962-2970

<https://writingcontest14.wordpress.com/2014/06/13/strategipengembangan-indutri-hijau-yang-menghasilkan-produk-transportasi-otomotif-ramah-lingkungan-untuk-indonesia/> (diakses pada 12 April 2015 jam 11.36)

Balipost (Bali). 2010. 25 Februari

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A

1. Proses Sintesis LiFePO_4/C dan Preparasi Lembaran Katoda



Proses Pencampuran bahan
 LiFePO_4



Proses Pencampuran PVDF &
acetylene black dalam larutan
DMAC



Desain Alat Furnace



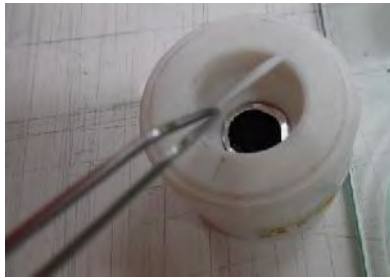
Proses pelapisan *slurry* pada
current collector



Desain Alat Kompaksi



Proses pemadatan (kompaksi)



Desain Alat *sample holder*
battery



Proses aktivasi baterai

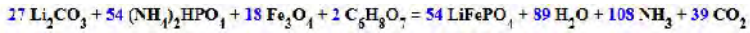


Desain alat pengukuran *Open*
Circuit Voltage



Desain alat pengukuran
performa baterai

Bahan	Mr (gr/mol)
Fe_3O_4	231,533
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	132,06
Li_2CO_3	73,89



Perhitungan Stokiometri Pembuatan Prekursor LiFePO_4/C

- $\text{Li}_2\text{CO}_3 = 3 \text{ mol} = \frac{\text{gr}}{73,89} = 221,67 \text{ gram}$
- $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 = 6 \text{ mol} = \frac{\text{gr}}{132,06} = 792,36 \text{ gram}$
- $\text{Fe}_3\text{O}_4 = 2 \text{ mol} = \frac{\text{gr}}{231,533} = 463,066 \text{ gram}$

Sehingga massa yang digunakan dalam penelitian ini :

$$\begin{array}{ccc} \text{Li}_2\text{CO}_3 & : & (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 \text{ atau } \text{Fe}_3\text{O}_4 \\ 1,5007 \text{ gr} & : & 5,364 \text{ gr} \quad : \quad 3,135 \text{ gr} \end{array}$$

- $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ atau asam sitrat yang digunakan
 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} = 5\% * \text{massa total}$
 $= 5\% * 9,9997 \text{ gram}$
 $= 0,499985 \text{ gram}$
 $\cong 0,5 \text{ gram}$

LAMPIRAN B
Data Referensi Nomor PDF (*Powder Diffraction File*) untuk
Pengolahan dengan Menggunakan Software *Rietica*

A. Fasa LiFePO_4 (Olivine)

Entry # 96-210-0917

<i>Phase classification</i>							
Name							
Formula	FeLiO ₄ P						
I/Icor	1.500000						
Sample	2100916						
Name							
Quality	C (calculated)						
References							
<i>Publication</i>							
Bibliography	Streltsov V. A., Belokoneva E. L., Tsirelson V. G., Hansen N. K., "Multipole analysis of the electron density in triphylite, LiFePO~4~, using X-ray diffraction data", Acta Crystallographica Section B 49 (2), 147-153 (1993)						
<i>Origin of data</i>							
Source of entry	<u>COD (Crystallography Open Database)</u>						
Link to orig. entry	<u>2100916</u>						
Crystal structure							
<i>Crystallographic data</i>							
Space group	P n m a (62)						
Crystal system	orthorhombic						
Cell parameters	a= 10.3320 Å b= 6.0100 Å c= 4.6920 Å						
Z	4						
Atom coordinates	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
	Li		0.000	0.000	0.000	1.000000	1.000000
	Fe		0.282	0.250	0.975	1.000000	1.000000
	P		0.095	0.250	0.418	1.000000	1.000000
	O		0.097	0.250	0.743	1.000000	1.000000

O	0.457	0.250	0.206	1.000000	1.000000
O	0.166	0.046	0.285	1.000000	1.000000

B. Fasa Lithiophosphate

Entry # 96-901-2205

Phase classification

Name

Mineral Lithiophosphate

Name

Formula $\text{Li}_3\text{O}_4\text{P}$

I/Icor 1.050000

Sample 9012204

Name

Quality C (calculated)

References

Publication

Bibliography

Wang B., Chakoumakos B. C., Sales B. C., Kwak B. S., Bates J. B., "Synthesis, crystal structure, and ionic conductivity of a polycrystalline lithium phosphorus oxynitride with the gamma-Li₃PO₄ structure Locality: synthetic", Journal of Solid State Chemistry **115**, 313-323 (1995)

Origin of data

Source of entry COD (Crystallography Open Database)

Link to orig. entry 9012204

Crystal structure

Crystallographic data

Space group P m n b (62)

Crystal orthorhombic

system

Cell a= 6.1113 Å b= 10.4612 Å c= 4.9208 Å

parameters

Atom	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
------	---------	-------	---	---	---	----	------

coordinates	Li	0.502	0.163	0.301	0.858000	1.000000
	Li	0.750	0.425	0.204	0.866000	1.000000
	P	0.250	0.411	0.308	0.305000	1.000000
	O	0.044	0.342	0.205	0.473000	1.000000
	O	0.250	0.050	0.293	0.536000	1.000000
	O	0.750	0.090	0.122	0.442000	1.000000

C. Fasa $\text{Li}_3\text{FeP}_2\text{O}_7$

Entry # 96-100-1452

Phase classification

Name	Lithium iron(III) diphosphate
Formula	FeLiO_7P_2
I/Icor	2.230000
Sample	1001451
Name	
Quality	C (calculated)

References

Publication

Bibliography	Riou D, Nguyen N, Benloucif R, Raveau B, "LiFeP~2~O~7~: Structure and magnetic properties", Materials Research Bulletin 25 , 1363-1369 (1990)
---------------------	--

Origin of data

Source of entry	<u>COD (Crystallography Open Database)</u>
Link to orig. entry	<u>1001451</u>

Crystal structure

Crystallographic data

Space group	P 1 21 1 (4)						
Crystal system	monoclinic						
Cell parameters	a= 4.8229 Å b= 8.0813 Å c= 6.9419 Å β = 109.387 °						
Z	2						
Atom coordinates	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
	Li	1.0	0.803	0.384	0.819	1.000000	1.000000

Fe	3.0	0.219	0.250	0.234	1.000000	1.000000
P	5.0	0.794	0.470	0.416	1.000000	1.000000
P	5.0	0.601	0.071	0.980	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.403	0.072	0.110	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.814	0.216	0.020	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.132	0.062	0.381	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.062	0.430	0.361	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.248	0.406	0.010	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.399	0.102	0.748	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.608	0.320	0.418	1.000000	1.000000

D. Fasa Hematite

Entry # 96-591-0083

Phase classification

Name	Iron(III) oxide - α
Mineral	Hematite
Name	
Formula	Fe ₂ O ₃
I/Icor	3.770000
Sample	5910082
Name	
Quality	C (calculated)

References

Publication

Bibliography	Finger L W, Hazen R M, "Crystal structure and isothermal compression of Fe ₂ O ₃ , Cr ₂ O ₃ , and V ₂ O ₃ to 50 kbars", Journal of Applied Physics 51 , 5362-5367 (1980)
---------------------	---

Origin of data

Source of entry	<u>COD (Crystallography Open Database)</u>
Link to orig. entry	<u>5910082</u>

Crystal structure

Crystallographic data

Space	R -3 c (167)
--------------	--------------

group**Crystal****system****Cell****parameters****Z****Atom****coordinates**

trigonal (hexagonal axes)

a= 5.0079 Å c= 13.6467 Å

6

Element	Oxid.	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	Bi	Focc
Fe	3.0	0.000	0.000	0.355	1.000000	1.000000
O	-2.0	0.304	0.000	0.250	1.000000	1.000000

LAMPIRAN C

Hasil Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Retieca

LFP/C_8h

Phase: 1						
PHASE SCALE FACTOR	=	0.817388E-05	0.109608E-07	0.537189E-06		
OVERALL TEMP. FACTOR	=	0.000000	0.000000	0.000000		
CELL PARAMETERS	=	5.036231	0.000020	0.001856		
		5.036231	0.000020	0.001856		
		13.721042	-0.000091	0.007476		
		90.000008	0.000000	0.000000		
		90.000008	0.000000	0.000000		
		120.000015	0.000000	0.000004		
RECIPROCAL CELL	=	0.229	0.229	0.073	90.000	60.000
CELL VOLUME	=	301.390076	0.227217			
SCALE * VOLUME	=	0.002464	0.000162			
MOLECULAR WEIGHT	=	670.193				
DENSITY	=	3.691				

ABSOLUTE PHASE VALUES:

INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)

MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)

ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

Then:

INC*MASS*ls/R = 470.932

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 8.57

```

+-----+
|                               |
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR    = 0.764446E-040.262170E-070.325928E-05
OVERALL TEMP. FACTOR  = -1.057605  0.003476  0.398196
CELL PARAMETERS       =  10.300761  -0.000005  0.002840
                       5.996137  -0.000002  0.001390
                       4.689459  0.000021  0.001326
                       90.000008  0.000000  0.000000
                       90.000008  0.000000  0.000000
                       90.000008  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL       =  0.097  0.167  0.213  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME           =  289.643402  0.132637
SCALE * VOLUME        =  0.022142  0.000944

```

MOLECULAR WEIGHT = 631.040
 DENSITY = 3.616
 ABSOLUTE PHASE VALUES:
 INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)
 MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
 ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

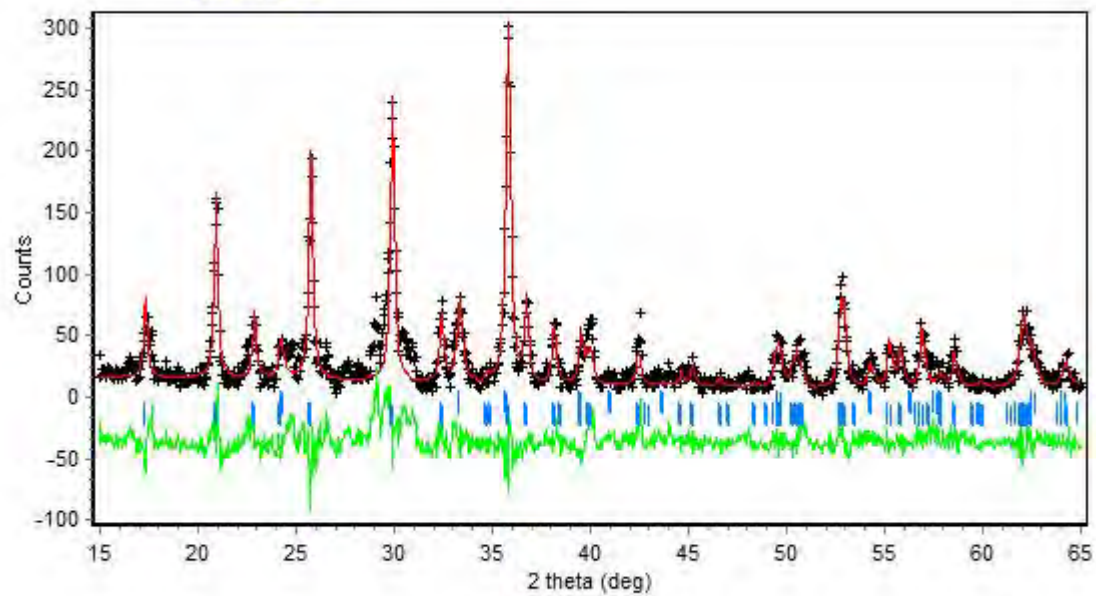
Then:

INC*MASS*ls/R = 3985.36
 DERIVED BRAGG R-FACTOR= 9.23

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES:				WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:	
PHASE 1:	14.30	1.08	10.57	0.81	
PHASE 2:	85.70	4.88	89.43	5.15	

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	22.38	29.60	18.56	0.733	0.947	1222
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.7940E+04	0.3548E+05	0.3236E+05	0.3548E+05	0.2543E+01	0.1605E+15	

LiFePO₄



LFP/C_10h

```
+-----+
|                               |
|           Phase:  1         |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR    = 0.582618E-050.174273E-100.676039E-06
OVERALL TEMP. FACTOR = -3.377941 -0.001059  0.864235
CELL PARAMETERS      =   5.039138   0.000003   0.001561
                      5.039138   0.000003   0.001561
                      13.760053   0.000023   0.007391
                      90.000008   0.000000   0.000000
                      90.000008   0.000000   0.000000
                      120.000015   0.000000   0.000000
RECIPROCAL CELL       =  0.229   0.229   0.073  90.000  90.000  60.000
CELL VOLUME           = 302.596039  0.209723
SCALE * VOLUME        =   0.001763  0.000205
MOLECULAR WEIGHT      =   670.193
DENSITY               =     3.676
ABSOLUTE PHASE VALUES:
    INC  = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
    MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
```

l_s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
 Then:
 $INC*MASS*l_s/R = 337.014$
 DERIVED BRAGG R-FACTOR= 8.91

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR   = 0.676815E-04-.789610E-080.340427E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = -1.084342 -0.002124  0.502172
CELL PARAMETERS      =  10.307748  -0.000018  0.003470
                      6.001855   0.000000  0.001787
                      4.691996  -0.000002  0.001594
                      90.000008   0.000000  0.000000
                      90.000008   0.000000  0.000000
                      90.000008   0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL      =  0.097   0.167   0.213  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME          = 290.273163  0.163530
SCALE * VOLUME       =   0.019646  0.000988
MOLECULAR WEIGHT     =   593.535
DENSITY              =    3.394
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  
```

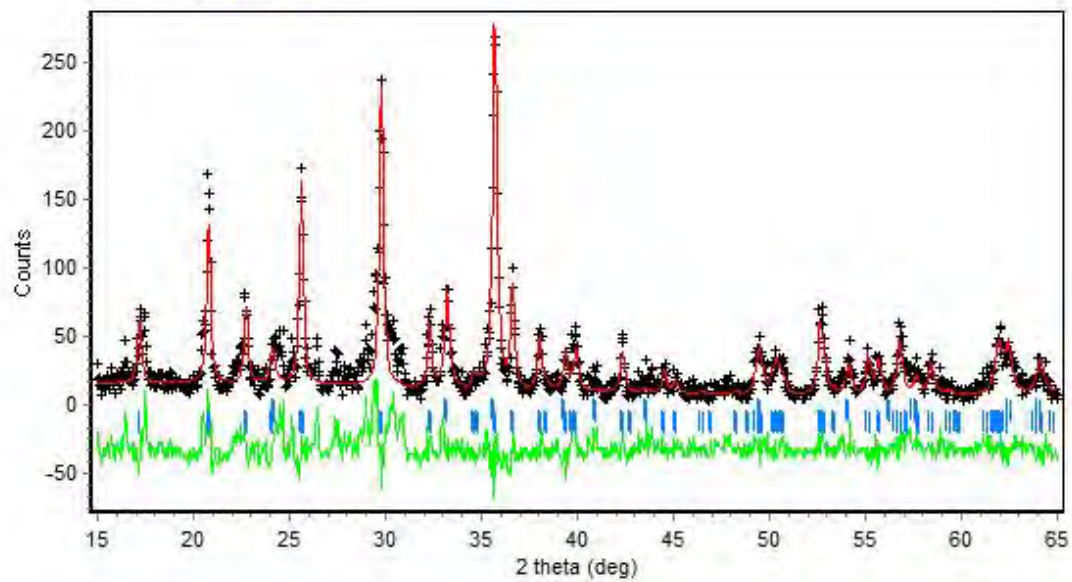
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)
 MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
 ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
 Then:

INC*MASS*ls/R = 3326.02
 DERIVED BRAGG R-FACTOR= 8.90

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES:			WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:	
PHASE 1:	11.86	1.48	9.20	1.15
PHASE 2:	88.14	6.03	90.80	6.24

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	22.72	30.09	19.19	0.669	0.847	1220
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.7527E+04	0.3313E+05	0.3013E+05	0.3313E+05	0.2458E+01	0.3294E+15	

LiFePO₄



LFP/C_12h

```
+-----+
|                               |
|           Phase:  1         |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR    = 0.110558E-040.191549E-060.674785E-06
OVERALL TEMP. FACTOR  =  0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS       =    5.036235   0.000698   0.001691
                       5.036235   0.000698   0.001691
                       13.776549  -0.002032   0.009258
                       90.000008   0.000000   0.000000
                       90.000008   0.000000   0.000000
                       120.000015   0.000008   0.000004
RECIPROCAL CELL       =  0.229   0.229   0.073  90.000  90.000  60.000
CELL VOLUME           = 302.609833  0.248984
SCALE * VOLUME        =   0.003346  0.000204
MOLECULAR WEIGHT      =   958.193
DENSITY               =    5.256
ABSOLUTE PHASE VALUES:
    INC  = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
    MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
```

l_s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
 Then:
 $INC*MASS*l_s/R = 914.383$
 DERIVED BRAGG R-FACTOR= 7.79

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR   = 0.576200E-040.455331E-060.219071E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS      = 10.298512 0.001550 0.003728
                      = 5.991966 0.001103 0.002232
                      = 4.684979 0.000424 0.002103
                      = 90.000008 0.000000 0.000000
                      = 90.000008 0.000000 0.000000
                      = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.097 0.167 0.213 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME          = 289.102234 0.198469
SCALE * VOLUME       = 0.016658 0.000633
MOLECULAR WEIGHT     = 631.040
DENSITY              = 3.623
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  
```

```

INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 2998.35
DERIVED BRAGG R-FACTOR= 9.30

+-----+
|                               |
|           Phase: 3           |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.602291E-040.238511E-050.479800E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 7.260309 -0.000571 0.005872
                  7.310867 0.004366 0.006037
                  5.308882 -0.001412 0.004355
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.138 0.137 0.188 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 281.790955 0.399401
SCALE * VOLUME = 0.016972 0.001352
MOLECULAR WEIGHT = 403.400

```

```

DENSITY                =          2.376
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC  = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 1952.86
DERIVED BRAGG R-FACTOR=          8.93

+-----+
|               Phase:  4               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR    = 0.279538E-04-.607039E-050.283966E-05
OVERALL TEMP. FACTOR  =  0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS       =   6.050742   0.001062   0.003024
                       10.163951   0.004069   0.009201
                       4.956450   0.004281   0.004320
                       90.000008   0.000000   0.000000
                       90.000008   0.000000   0.000000
                       90.000008   0.000000   0.000000
RECIPROCAL CELL       =  0.165   0.098   0.202  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME           = 304.818970  0.412217

```



```

SCALE * VOLUME      =      0.008521    0.000866
MOLECULAR WEIGHT     =      742.800
DENSITY              =      4.045

```

ABSOLUTE PHASE VALUES:

```

INC  = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

```

Then:

```

INC*MASS*ls/R = 1805.33
DERIVED BRAGG R-FACTOR=      7.87

```

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES: WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:

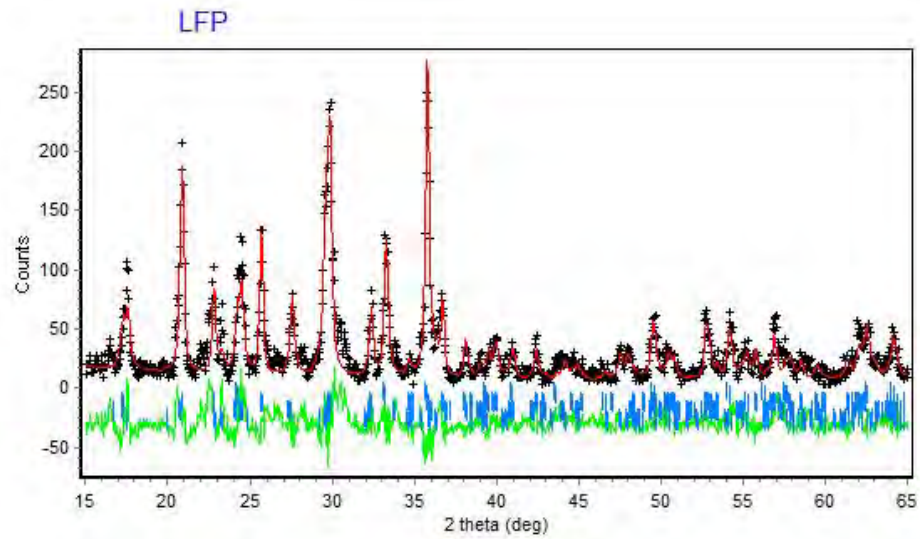
```

PHASE 1:    15.54    1.06                11.92    0.84
PHASE 2:    51.58    2.53                39.09    2.03
PHASE 3:    26.28    2.25                25.46    2.22
PHASE 4:     6.60    0.70                23.53    2.53

```

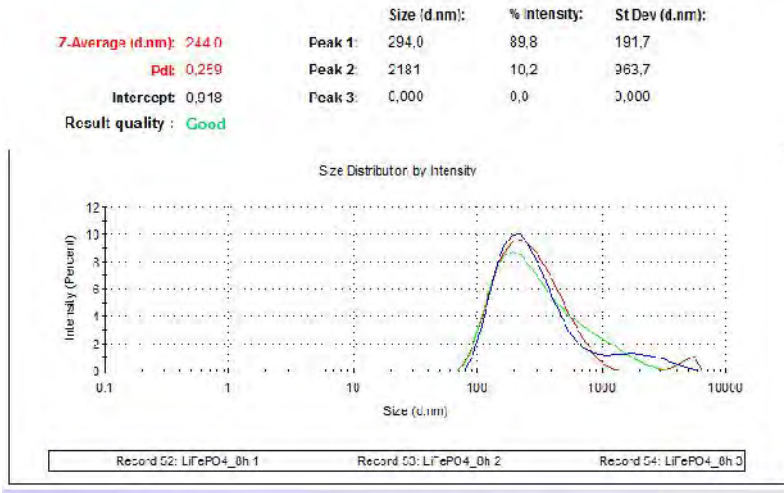
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	21.73	28.76	17.68	0.718	0.863	1192
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	

0.8286E+04	0.3813E+05	0.3553E+05	0.3813E+05	0.2646E+01	0.2115E+15
------------	------------	------------	------------	------------	------------

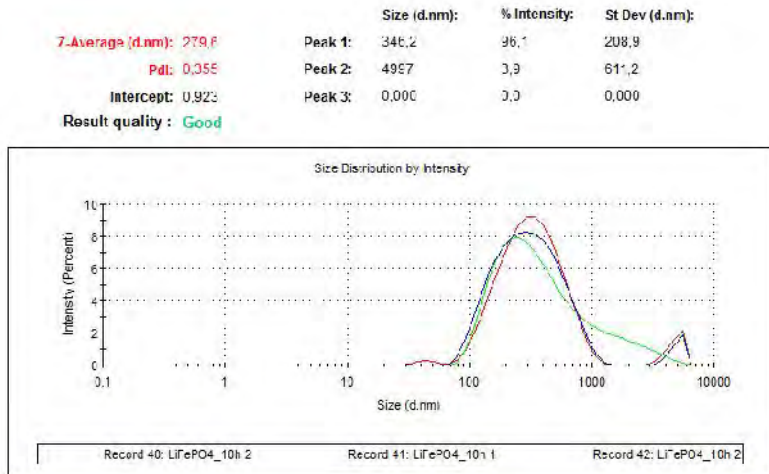


LAMPIRAN D

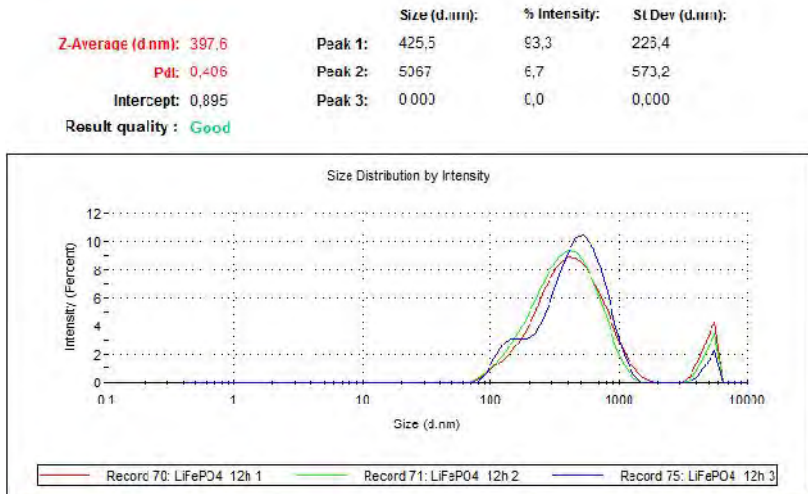
Hasil Analisis Ukuran Partikel dengan Software PSA (Particle Size Analyzer)



Gambar 1. Hasil analisa PSA LFP dengan variasi waktu penahanan 8jam



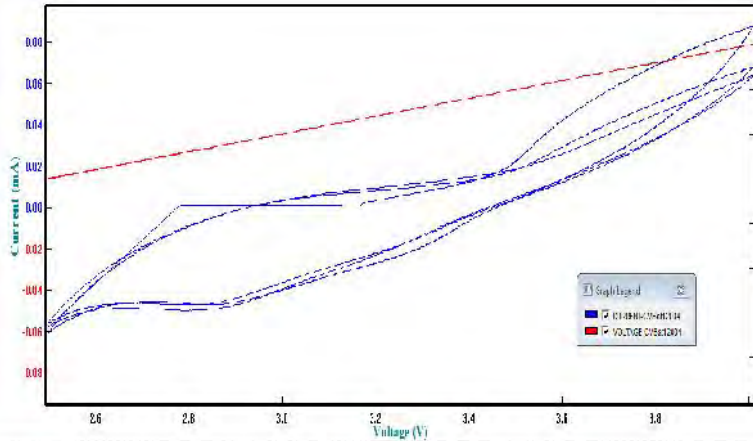
Gambar 2. Hasil analisa PSA LFP dengan variasi waktu penahanan 10 jam



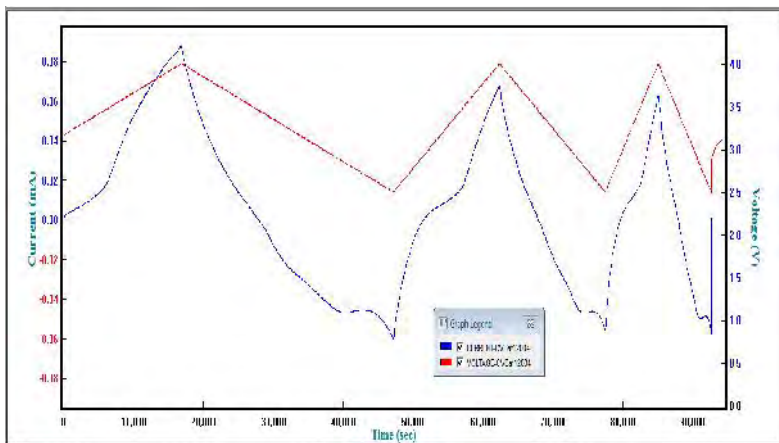
Gambar 3. Hasil analisa PSA LFP dengan variasi waktu penahanan 12 jam

LAMPIRAN E

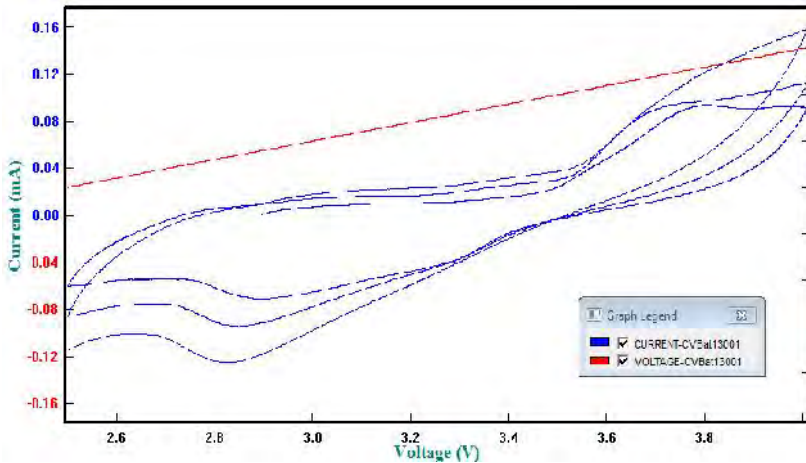
Hasil Analisis Uji *Cyclic Voltammetry*



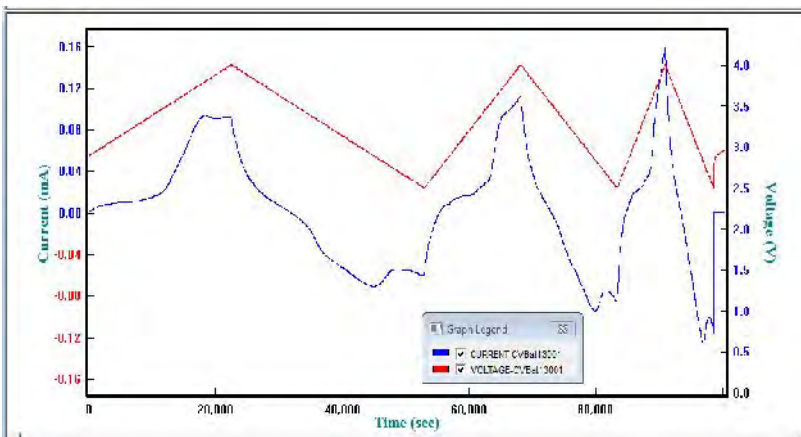
Gambar 1. Hasil uji CV elektroda baterai ion LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 8 jam



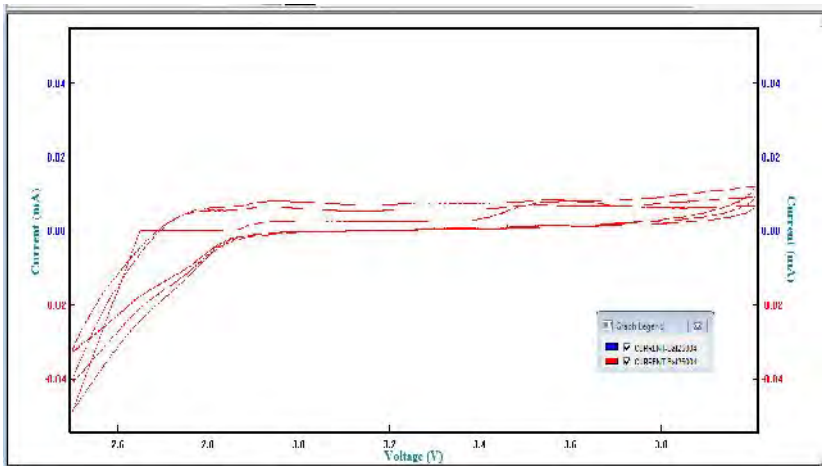
Gambar 2. Hasil uji CV elektroda baterai ion LiFePO_4/C terhadap waktu dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 8 jam



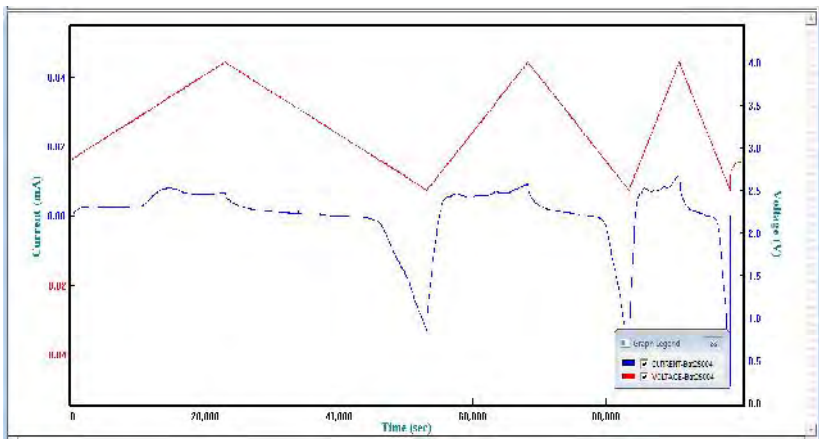
Gambar 3. Hasil uji CV elektroda baterai ion LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 10 jam



Gambar 4. Hasil uji CV elektroda baterai ion LiFePO_4/C terhadap waktu dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 10 jam



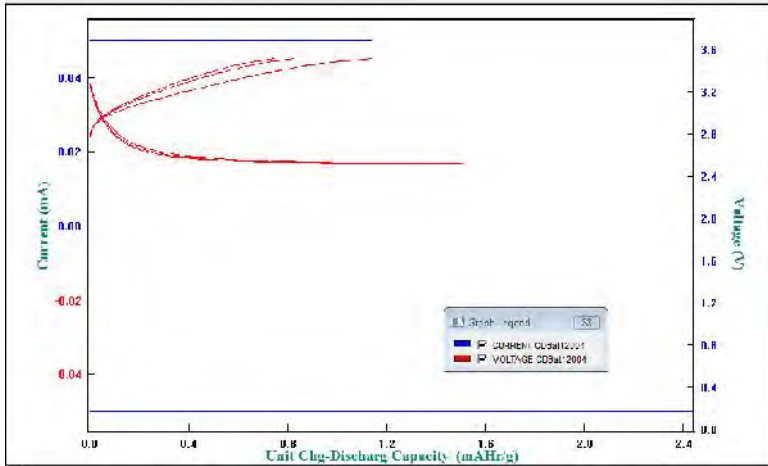
Gambar 5. Hasil uji CV elektroda baterai ion LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 12 jam



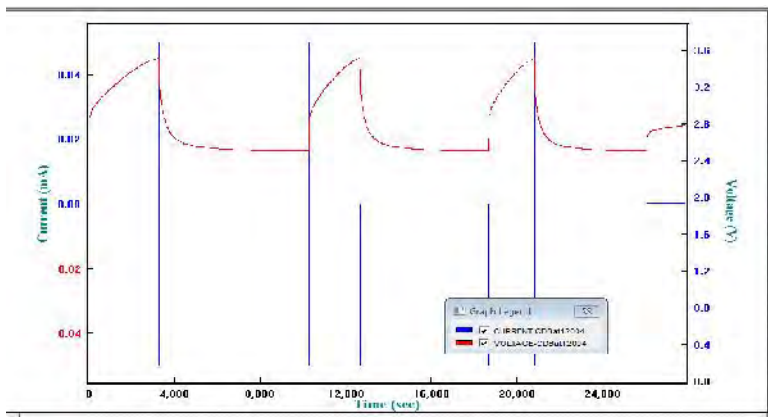
Gambar 6. Hasil uji CV elektroda baterai ion LiFePO_4/C terhadap waktu dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 12 jam

LAMPIRAN F

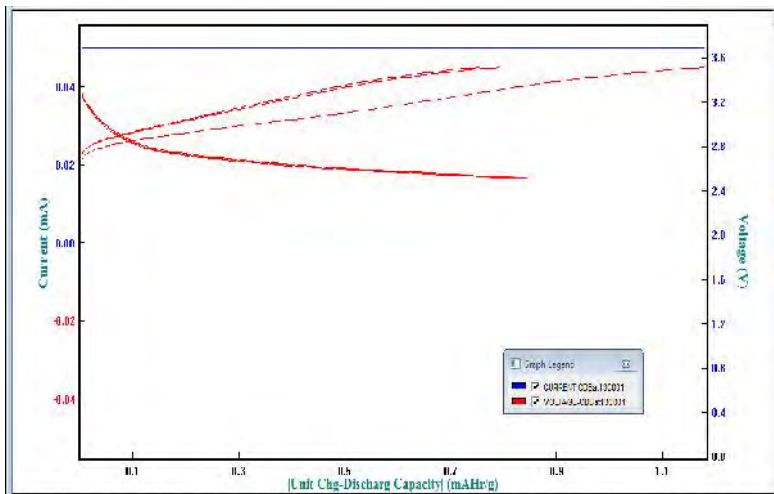
Hasil Analisis uji *Charging Discharging Test*



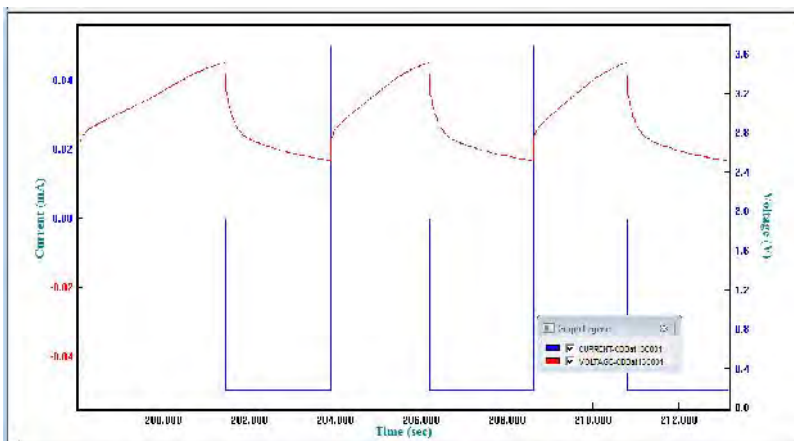
Gambar 1. Hasil uji CD elektroda baterai ion LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 8 jam



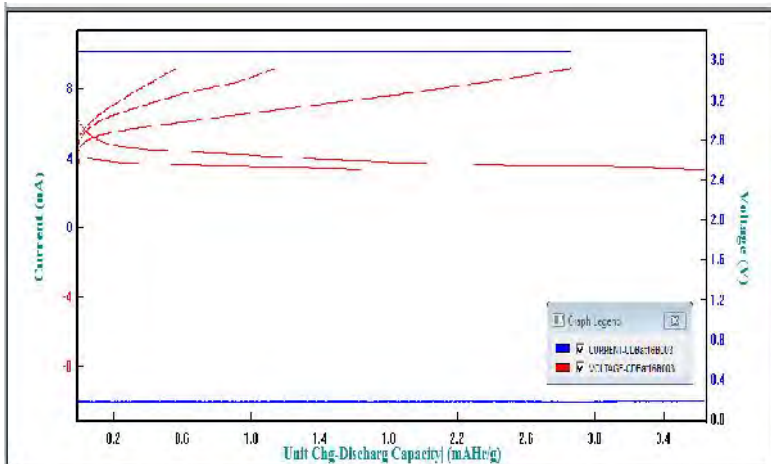
Gambar 2. Hasil uji CD elektroda baterai ion LiFePO_4/C terhadap waktu dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 8 jam



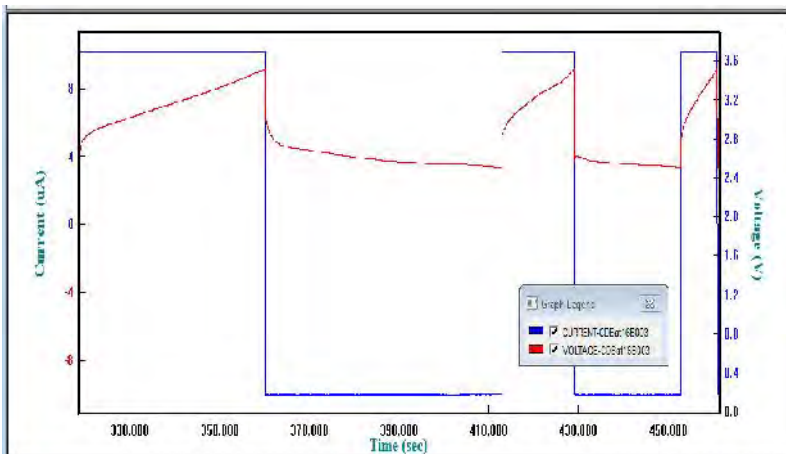
Gambar 3. Hasil uji CD elektroda baterai ion LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 10 jam



Gambar 4. Hasil uji CD elektroda baterai ion LiFePO_4/C terhadap waktu dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 10 jam



Gambar 5. Hasil uji CD elektroda baterai ion LiFePO_4/C dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 12 jam



Gambar 6. Hasil uji CD elektroda baterai ion LiFePO_4/C terhadap waktu dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 500°C selama 12 jam

BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari kota Mojokerto dan dilahirkan pada 7 April 1993 dari pasangan Bapak Pinarto dan Ibu Sumilah. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara dan telah menempuh pendidikan formal di SDN PULOREJO I, SMPN 2 Mojokerto, dan SMAN 3 Mojokerto. Pada tahun 2011, penulis diterima menjadi mahasiswa jurusan fisika FMIPA-ITS melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan NRP 1111100060. Selama masa perkuliahan, penulis aktif dalam organisasi mahasiswa. Beberapa organisasi yang sempat ditekuni penulis yaitu sebagai direktur administrasi umum KOPMA dr. Angka ITS, sekretaris departemen Sosial Masyarakat HIMASIKA ITS dan staf Sosial Masyarakat BEM FMIPA ITS. Penulis juga aktif berpartisipasi dalam beberapa kompetisi penulisan karya tulis ilmiah (PKM). Penulis juga pernah menjadi asisten laboratorium fisika modern dan asisten laboratorium fisika gelombang. Waktu luang penulis sering diisi dengan kegiatan *wisata kuliner, jalan-jalan dan berolahraga di car free day* bersama teman-teman. Akhir kata bila ada kritik dan saran kirim ke: yovanita.narsisca@gmail.com